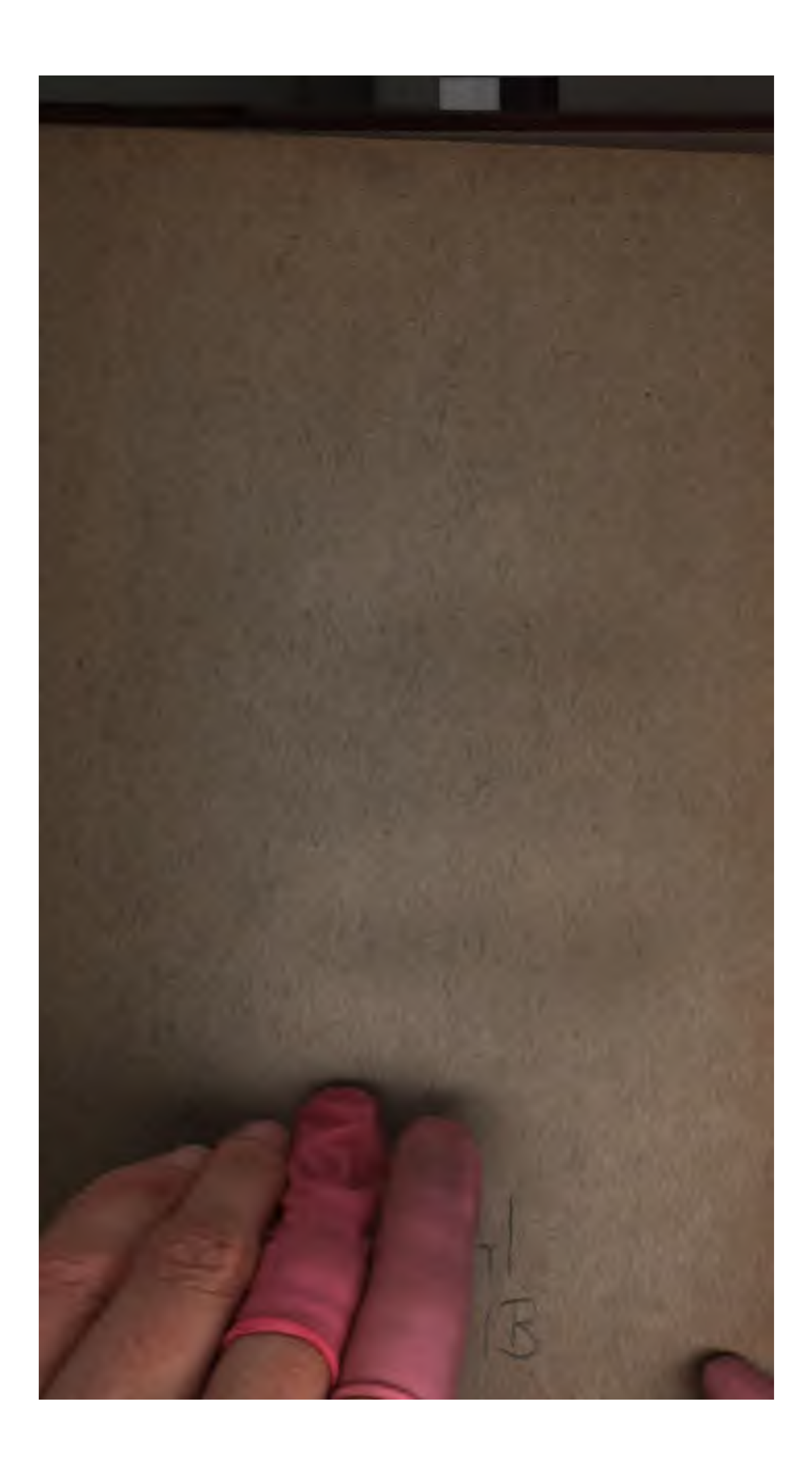




















Handbuch

der

metallurgischen Hüttenkunde

zum

Gebrauche bei Vorlesungen und zum Selbststudium.

Bearbeitet

von

BRUNO KERL,

Professor der Metallurgie an der Königl. Hannoverschen Bergakademie zu Clausthal.

In vier Bänden.

Zweite, umgearbeitete und vervollständigte Auflage.

Vierter Band.

Mit 5 lithographirten Tafeln.

Leipzig.

Verlag von Arthur Felix.

1865.


THE NEW YORK
PUBLIC LIBRARY
913111
ASTOR, LENOX AND
TILDEN FOUNDATIONS
R
L

Inhaltsverzeichniss des vierten Bandes.

I. Silber.

I. Abtheilung.

Silbergewinnung auf trocknem Wege mittelst Bleies.

Seite

I. Abschnitt.

Gewinnung von silberhaltigem Blei (Werkblei).

Erstes Kapitel.

Bleiarbeit mit silberhaltigen Erzen.

Zweites Kapitel.

Bleiarbeit mit silberhaltigen Lechen.

Seite

Erstes Kapitel.

Pattinsonscher Krystallisationsprozess.

Zweites Kapitel.

Abtreiben des Werkbleies.

Seite

Drittes Kapitel.

Feinmachen des Blicksilbers.

Zweites Kapitel.

Amalgamation von Lechen.

Drittes Kapitel.

Speiseamalgamation.

Viertes Kapitel.

Schwarzkupferamalgamation.

II. Theil.

Amerikanische Haufenamalgamation.

II. Abschnitt.

Silbergewinnung durch Auflösung und Fällung.

Erstes Kapitel.

Augustinsche Kochsalzlaugerei.

Zweites Kapitel.

Schwefelsäurelaugerei für Schwarzkupfer.

II. Gold.

I. Abtheilung.

Darstellung von silberhaltigem Gold.

I. Abschnitt.

Gewinnung des Goldes aus Goldsand.

Seite

Viertes Kapitel.

Goldextraction durch Auflösung und Fällung.

II. Abtheilung.

Scheidung des Goldes vom Silber (Affination).

I. Abschnitt.

Goldscheidung auf trocknem Wege.

II. Abschnitt.

Goldscheidung auf nassem Wege.

Erstes Kapitel.

Goldscheidung mit Salpetersäure (Quartation).

Seite

Zweites Kapitel.

Goldscheidung mit Schwefelsäure (Affiniren).

Drittes Kapitel.

Goldscheidung mit Königswasser.

III. Abtheilung.

Scheidung des Goldes vom Kupfer.

Seite

III. Platin.

IV. Nickel.

I. Abtheilung.

Concentrationsschmelzen mit Nickelerzen.

I. Abschnitt.

Concentrationsschmelzen auf Stein.

V. Antimon.

I. Abschnitt.

Darstellung von Antimonium crudum.

Erstes Kapitel.

Aussaigern des Schwefelantimons in Flammöfen.

Zweites Kapitel.

Aussaigern des Schwefelantimons in Gefässöfen.

II. Abschnitt.

Darstellung von metallischem Antimon.

Erstes Kapitel.

Darstellung von Antimonregulus aus Ant. crud.

Zweites Kapitel.

Darstellung von Antimonregulus aus Erzen.

Drittes Kapitel.

Raffination des Rohmetalles.

VI. Arsen.

Erstes Kapitel.

Darstellung von metallischem Arsen.

Zweites Kapitel.

Darstellung von arseniger Säure (weissem Arsenglas).

Drittes Kapitel.

Darstellung von farbigen Arsengläsern (Realgar und Rauschgelb).

VII. Schwefel.

Seite

I. Abschnitt.

Darstellung von Schwefel aus Schwefelerden.

II. Abschnitt.

Darstellung von Schwefel aus Schwefelkies oder kiesigen Erzen.

III. Abschnitt.

Raffination oder Läuterung des Rohschwefels.

Seite

Repertorium der Figurentafeln.

Taf. I. Fig. 1—29.

Silber.

Taf. II. Fig. 30—65.

Silber.

Taf. III. Fig. 66—78.

Silber.

Taf. IV. Fig. 79—108.

Silber, Gold, Antimon.

Taf. V. Fig. 109—134.

Gold, Platin, Arsen, Schwefel.



I. Silber.

§. 1. Silbererze. Nach MALAGUTI's und DUROCHER's [1]) Beobachtungen findet sich das Silber in der Natur sehr verbreitet. Als Silbererze, deren wichtigste die Verbindungen des Silbers mit Schwefel und anderen Schwefelmetallen sind, benutzt der Hüttenmann:

Silbererze.

1) solche Erze, in denen das Silber einen Hauptbestandtheil ausmacht (eigentliche Silbererze), wohin hauptsächlich die folgenden gehören:

Eigentliche Silbererze.

Gediegen Silber, Ag, zuweilen bis 3% Sb, As und Fe enthaltend, (das Freiberger [2]) gediegene Silber mit 97,10—99,8 Ag), gewöhnlich in Gesellschaft von andern Silbererzen oder auch von Fahlerzen. In Californien [3]) findet sich das Silber im Gemenge mit Gold; am Obern see [4]) auf gediegenem Kupfer (II, 293), zu Kongsberg [5]) hält es an 90% Silber.

1) MALAGUTI und DUROCHER, über das Vorkommen und die Gewinnung des Silbers. Deutsch von HARTMANN. Quedlinburg und Leipzig 1851. — Ueber das Vorkommen des Silbers. KARST. Met. I, 304. — Neuer Schauplatz der Bergwerkskunde XII, 57. — B. u. h. Ztg. 1842 S. 3. — COTTA, Gangstudien I, 437; II, 115, 254, 491. v. DECHEN, Statist. des nördl. u. zollver. Deutschlands I, 750.

2) Ueber den Silbergehalt säch. Silbererze: Jahrbuch für den Berg- und Hüttenmann. 1831. S. 223. — LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 111. — Ged. Silber von Himmelfürst: B. u. h. Ztg. 1858. S. 37. — BAUERSACHS, über den Silbergehalt einiger Harzer Erze: HAUSM. norddeutsche Beitr. Stück 1. S. 127.

3) Allgem. b. u. h. Ztg. 1862. S. 405. — LAUR, de la production des métaux précieux en Californie. Paris 1862.

4) Berggeist 1862. Nr. 93. Allg. b. u. h. Ztg. 1863. S. 164.

5) B. u. h. Ztg. 1858. S. 102; 1862. S. 434.

Silberamalgame von verschiedener Zusammensetzung (Ag^3Hg^4 mit 44,8, AgHg mit 51,9 und Ag^6Hg^8 mit 57,2% Ag) finden sich in nutzbarer Menge in Chile. [1])

Antimonsilber Ag^6Sb und Ag^4Sb mit respective 84 und 77% Silber.

Tellursilber Ag Te mit 61% Ag, zuweilen Au und Spuren von Fe enthaltend.

Silberglanz Ág mit 87% Ag.

Sprödglaserz (Melanglanz) $\dot{A}g^5\dddot{S}b$ mit 68,5 Ag, zuweilen geringe Mengen von Fe, Cu und As enthaltend.

Miargyrit $\dot{A}g\dddot{S}b$ mit 36,9% Ag.

Lichtes Rothgiltigerz $\dot{A}g^3\dddot{A}s$ mit 65,4% Ag, worin zuweilen ein Theil des $\dddot{A}s$ durch $\dddot{S}b$ ersetzt ist.

Dunkles Rothgiltigerz $\dot{A}g^3\dddot{S}b$ mit 59% Ag, worin ein Theil $\dddot{S}b$ zuweilen durch $\dddot{A}s$ vertreten ist. (Gemenge von beiden, zu Freiberg vorkommend, enthielten 60,75—62,50% Ag.)

Dunkles Weissgiltigerz (Silberfahlerz) $(\dot{C}u, \dot{F}e, \dot{Z}n, \dot{A}g)^4\dddot{S}b$ mit 18—31,8% Ag und 26—15% Cu.

Lichtes Weissgiltigerz $(\dot{F}e, \dot{Z}n, \dot{P}b, \dot{A}g)^4\dddot{S}b$ von Freiberg mit 38 Pb, 5,7 Ag und Spuren von Cu (die Freiberger Weissgiltigerze mit 29,43—32,69% Ag).

Silberkupferglanz $\dot{C}u + \dot{A}g$ mit 53% Ag und 31% Cu.

Polybasit oder Eugenglanz $(\dot{C}u, \dot{A}g)^9 (\dddot{S}b, \dddot{A}s)$ mit 64—72% Ag und 10—3% Cu.

Silberkerate[2]), und zwar Horn- oder Chlorsilber Ag Cl mit 75,2% Ag, ferner isomorphe Gemische von Chlor- und Jodsilber als Megabromit — 4 Ag Cl + 5 Ag Br mit 64,2 Ag —, Mikrobromit Ag Br + 3 Ag Cl mit 69,8 Ag — und Embolit — 2 Ag Br + 3 Ag Cl mit 66,9% Ag, — ferner Bromsilber (Bromit, Bromargyrit) Ag Br mit 58% Ag, und Jodsilber (Jodit) Ag J mit 46 Ag. Sämmtliche

1) Allg. B. u. h. Ztg. 1863. S. 121.
2) B. u. h. Ztg. 1859. S. 449.

Kerate finden sich in nutzbarer Menge in Chile[1], einige auch in Mexico u. a.

2) solche Erze, welche neben einem geringeren, variablen Silbergehalt noch andere nutzbare oder nicht nutzbare Metalle enthalten. Geschwefelte Mineralien sind immer reicher an Silber als oxydirte, und es pflegen in Bezug auf ihren Silbergehalt die eisenhaltigen Schwefelungen immer die ärmsten zu sein, dann folgen die zink-, blei- und kupferhaltigen.

Silberhaltige Erze.

Zu dieser Abtheilung gehören unter andern:

a) silberhaltige Bleierze, namentlich Bleiglanz $\dot{P}b$, dessen Silbergehalt am gewöhnlichsten zwischen 0,01 — 0,03% schwankt, oft 0,5, selten 1% erreicht und nur in sehr seltenen Fällen noch höher steigt.

Silberhaltige Bleierze.

Nach MALAGUTI und DUROCHER (c. l.) enthalten Bleiglanze Spuren (Rheinpreussen) bis 7% Silber (Schemnitz). Es enthielt Bleiglanz von Pontgibaud 3,3 Zehntausendtheile, von Huëlgoat 3—20 Zehnt., aus Sachsen 3,3 Zehnt. bis 2,5%, vom Harze 0,05% — 0,3%, von Sala 86,6 Zehnt. Durchschnittlich enthalten die sächsischen Bleiglanze 0,025 — 0,809% Ag. Auf ein und demselben Gange hat der Bleiglanz oft einen sehr verschiedenen Silbergehalt und es ist, wie wohl geschieht, nicht allgemein anzunehmen, dass der fein- oder kleinkörnige Bleiglanz reich und grobkörniger oder krystallinischer arm an Silber sei (II, 1). Nach MALAGUTI's und DUROCHER's Versuchen lässt sich schliessen, dass in den meisten Fällen die silberhaltigen Bleiglanze das Silber im Zustande der multiplen Sulphurete enthalten, sonst rührt der Silbergehalt von eingesprengten Silbererzen her (II, 1).

Weissbleierz enthielt Spuren bis 2 Tausendtheile Silber, in den meisten und halbdurchsichtigen Abänderungen wohl im Zustande des Carbonats, in den dunkeln als Schwefelsilber.

b) Silberhaltige Kupfererze und zwar:

Silberhaltige Kupfererze.

---

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 452; 1860. S. 187; 1861. S. 308.

Fahlerze[1]) mit Spuren bis 31% Silber. Von den Freiberger Fahlerzen und diesen ähnlichen Mineralien enthält Graugiltigerz 17,70%, Schwarzerz 5,20—5,60%, gem. Fahlerz 0,557—4,20%, Tennantit 0,017%, blendiges Fahlerz 0,122—0,525%, zinnisches Fahlerz 0,017—0,020%, das Andreasberger Fahlerz bis 1% Ag.

Kupferkies, Buntkupfererz und Kupferglanz sind im Allgemeinen silberarm und pflegen nur dann auf Silber mit benutzt zu werden, wenn sie mit Bleierzen gemengt sind. (Freiberger Kupferglanz enthält 0,020—1,101% Ag.) Zuweilen bildet das Schwefelkupfer mit dem Schwefelsilber eine viel reichere Verbindung, als der Bleiglanz. So gibt die Silberschwärze von Huëlgoat ein silberhaltiges Schwefelkupfer mit bis 52% Silber. In einem Gemenge von Kupferkies und Bleiglanz von Huëlgoat enthielt ersterer 1—4,5 und letzterer 7,1—23,2 Zehntausendtheile Silber, in einem Gemenge von Buntkupfererz und Bleiglanz ebendaher ersteres 2,5, letzterer 5 Zehntausendtheile Silber.

Bournonit pflegt reicher an Ag, als die vorhergehenden Erze zu sein. (Freiberger Bournonit enthält 0,122—0,127% Ag.)

Oxydirte Kupfererze führen meist nur Spuren Silber, sind zuweilen aber auch reicher. So enthalten z. B. zu Bouc in Frankreich verschmolzene Malachit- und Lasurerze in 1000 Kil. 300 Gramm Silber und 2 Gramm Gold.

Silberhaltige Zinkerze.

c) Silberhaltige Zinkerze, als:

Zinkblende mit Spuren bis 0,88% Silber, welches meist nicht von eingesprengtem Bleiglanze herrührt. Es enthält z. B. Blende von Poullaouen 19, von Huëlgoat 8, von Przibram 2,7—6,7, von Fahlun 5, von Sala 3,3, von Tunaberg 1 Tausendtheil Silber; Blende aus Ungarn, Sachsen und Kongsberg enthielt nur unwägbare Spuren. Kommt Zinkblende mit Bleiglanz gemengt vor, so enthält bald erstere, bald letzterer mehr Silber. Zu Poullaouen enthält die

1) Ueber den Silbergehalt der Fahlerze: Karst. Arch. 2 R. IV, 289. Erdm., J. f. ök. u. techn. Ch. X, 219. — Ermittelung des Werthes silberhaltiger Kupfer- u. Bleierze im Siegenschen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 324.

Blende 4 und der Bleiglanz 25, zu Huëlgoat der Bleiglanz 125 und die Blende 2—4, die reine Blende von Lautenthal am Oberharze bis 0,8, die Freiberger Blende bis 6 Zehntausendtheile Silber. Es kommen aber auch silberreichere Blenden (II, 629) vor, deren Silbergehalt zu extrahiren versucht ist. So enthält z. B. die nach Swansea (II, 629, 651) zur Entsilberung und Zinkgewinnung gelangende Blende von Pontpéan[1]) in der Bretagne in 1 Tonne 1000—1500 Gramm Silber und zwar etwa 5—8mal mehr, als der gleichzeitig einbrechende Bleiglanz.

Galmei vom Altenberge enthielt 1 Zehntausendtheil Silber.

Silberhaltige Schwefel- Magnetkiese.

d) Silberhaltige Schwefel- und Magnetkiese. Dieselben enthalten Spuren bis 15 Zehntausendtheile Silber und pflegen, wenn sie mit andern Schwefelungen vorkommen, ärmer zu sein als diese. Gemenge von Blende, Schwefelkies und Bleiglanz aus Siebenbürgen enthielten resp. 88,5 und 90 Zehntausendtheile Silber. Im Freiberger Revier enthält der im Grossen aufbereitete Schwefelkies, welcher auf Gängen bricht, die gleichzeitig Schwefelantimon oder fein eingesprengtes Dunkelrothgiltigerz oder andere antimonhaltige Silbererze aufzuweisen haben, 10—20 Loth (0,29—0,58%) Silber und die auf Gängen vorkommenden Kiese, welche frei von dergleichen Silbererzen sind, nur 0,25—1,0 Loth (0,007—0,03%) Silber im Centner.

Silberhaltige arsenikalische u. antimonialische Erze.

e) Silberhaltige arsenikalische und antimonialische Erze, als:

Gediegen Arsen von Markirch (Oberrhein) enthält 9,2 Zehntausendtheile Silber; ein Gemenge von gediegen Arsen und Bleiglanz aus Sachsen hatte einen Silbergehalt von resp. 47,7 und 14,30 Zehntausendtheilen Ag. Das gediegen Arsen von Andreasberg am Harze enthält durchschnittlich 5 Tausendtheile Silber.

Arsenkiese (Misspickel) gaben bis 3,8 Zehntausendtheile Silber. Ein Gemenge von Blende, Schwefelkies, Misspickel und Bleiglanz aus Sachsen enthielt resp. 10,61,

1) Revue univers. 1863. 2 livr. pag. 294. — Bulletin de la soc. de l'industr. minérale T. VIII. Livr. 4. 1863.

0,81, 5,10 und 41,20 Zehntausendtheile Ag, Arsenkies von Andreasberg 0,01% Ag.

Gediegen Antimon von Andreasberg enthielt 1% Ag, von Allemont 4 Zehntausendtheile.

Grauspiessglanz aus Ungarn enthielt nur 0,62 Zehntausendtheile Ag.

Silberhaltige Wismuth-, Kobalt- und Nickelerze.

f) Silberhaltige Wismuth-, Kobalt- und Nickelerze, als Speiskobalt, Antimonnickel, Kobaltglanz etc. enthalten gewöhnlich nur geringe Mengen Silber, wenn nicht gleichzeitig andere silberhaltige Erze damit brechen.

Vorbereitung der Silbererze.

Die Silbererze der ersten Classe kommen selten in grösseren Mengen derb vor, meist finden sie sich in der Gangart spärlich vertheilt (Dürrerze) und bedürfen alsdann einer sehr sorgfältigen Aufbereitung, wobei locale Verhältnisse die Frage entscheiden müssen, ob es vortheilhafter ist, den Metallgehalt auf Kosten eines Silberverlustes stark anzureichern, bei der Verhüttung aber an Brennmaterial zu sparen oder ein grösseres, ärmeres Haufwerk auf Kosten eines grösseren Brennmaterialconsums zu Gute zu machen. In schwerspäthigen Erzen, welche bei der gewöhnlichen Aufbereitung grosse Verluste geben, hat man neuerdings nicht ohne günstigen Erfolg den Silbergehalt dadurch zu concentriren versucht, dass man die Erze mit Kohle glüht und das gebildete Schwefelbarium mit Wasser auslaugt [1]).

Bei den Erzen der zweiten Classe kommt es gewöhnlich auf eine möglichst scharfe Trennung der verschiedenen Erzsorten durch Handscheidung an, theils um die Aufbereitung (Siebsetzen und Nasspochen) vollkommener ausführen, theils um die Erze einem angemessenen hüttenmännischen Prozesse übergeben zu können, da sie gewöhnlich nicht in dem Verhältniss, wie sie auf den Lagerstätten zusammen vorkommen, verschmolzen werden können. Ueber die Grenze der Trennung und der weiteren Aufbereitung der geschiedenen Erzsorten entscheidet in der Regel das anzuwendende hüttenmännische Verfahren. Bei diesem erscheint die Gewinnung des Silbers entweder als untergeordneter Zweck

1) Oesterr. Ztschr. 1862. Nr. 464; 1863. Nr. 1. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 114, 269.

und die der anderen Metalle (z. B. Blei, Kupfer) ist der Hauptgegenstand, oder man benutzt die Erze nur auf Silber und sucht die anderen weniger werthvollen Metalle (z. B. Zink, Arsen, Antimon, Wismuth) abzuscheiden. Bei dem weit höhern Werthe indessen, welchen das Silber im Vergleich zum Kupfer hat, scheut man zuweilen selbst bedeutende Verluste an diesem Metall nicht, um das Silber möglichst vollständig zu gewinnen.

Proben a. trocknem u. nassem W.

§. 2. **Probiren der Silbererze.** Zur Untersuchung[1]) von Erzen, Hüttenproducten, Legirungen etc. bedient man sich meist der Proben auf **trocknem Wege** und wendet nur für Legirungen von Silber und Kupfer, wenn sich's um eine sehr genaue Bestimmung ihres Silbergehaltes handelt, den **nassen Weg** (eine volumetrische·Probe) an.

A. Silberproben auf trocknem Wege.

Probir-methoden

Die hierher gehörigen Proben bezwecken eine Ansammlung des Silbers aus dem Probirgut in Blei, aus welchem dann durch ein oxydirendes Schmelzen (Abtreiben) auf der Capelle (I, 134) das Silber vom Blei geschieden wird. Zur Vereinigung des Silbers mit dem Blei können 4 Wege eingeschlagen werden.

Comb. Blei- Silberprob

a) Man probirt silberhaltige Bleierze oder Producte zunächst auf Blei (II, 7) und treibt den Bleikönig ab. Dieses Verfahren gibt nur bei bleireichen und silberarmen Substanzen hinreichend genaue Resultate, z. B. bei Untersuchung von Treibhüttenproducten, bleireichen und silberarmen Bleiglanzen nach der Potaschenprobe (früher üblich am **Oberharz** bei an fremden Schwefelmetallen armen Bleiglanzen mit über 30 % Blei und unter 4 Loth oder 12 Pfdthl. Silber), nicht aber nach der Probe mit schwarzem Fluss und Eisen, bei welcher in Folge der Schwefeleisenbildung mehr Silber in der Schlacke zurückgehalten wird. Aber auch die Potaschenprobe liefert wegen der dabei stattfindenden Erzeugung von Schwefelkalium pro Ctr. $^1/_8$—$^1/_4$ Loth Silber weniger, als die später zu erwähnende Ansiedeprobe.

1) Bodemann-Kerl's Probirkunst 1857. S. 283.

Es ist danach das von STEVART[1]) angegebene belgische Verfahren der Silberbestimmung als ungenau zu betrachten.

Zu Przibram werden 8 Ctr. (80 Gramm) Glätte in 2 Tuten mit 130—140 Pfd. Quarz und 10 Pfd. Kohlenpulver bei einer Kochsalzdecke verschmolzen und die erhaltenen beiden Könige, jeder 100—110 Pfd. schwer, auf einer Capelle abgetrieben. — In Freiberg mengt man 4 Ctr. (à 3,75 Grm.) Glätte mit 10—15% Kohlenstaub und 1 Ctr. schwarzem Fluss, thut das Gemenge in eine Bleitute, darauf 2 Ctr. schwarzen Fluss, dann 50—100% Borax und gibt eine Kochsalzdecke. Der nach dem Schmelzen erfolgende König wird abgetrieben. Bleiischer Herd kann ebenso behandelt werden.

Tiegel-melzprobe. b) Schmelzen der Erze etc. mit möglichst silberarmem Bleioxyd, nach MALAGUTI und DUROCHER[2]) aus Bleizucker dargestellt, oder nach PETTENKOFER[3]) direct mit Bleizucker in Verbindung mit Oxydations- oder Reductions- und Flussmitteln (Salpeter, Potasche, Soda, Glaubersalz, Mehl etc.) und Abtreiben des erfolgenden Bleikönigs.

Diese Probe ist bei Erzen, in denen Schwefel, Antimon, Arsen und Eisen vorkommen, wegen Bildung von Silber zurückhaltenden Schwefelverbindungen etc in der Schlacke weniger genau, als die nachfolgende Ansiedeprobe (MARKUS' Versuche[4])); bessere Resultate erfolgen bei Erzen mit gediegen Silber und Silberkeraten und zu Przibram wird sie nach KLASEK[5]) für Schlacken der Ansiedeprobe wegen schnellerer Ausführbarkeit und grösserer Genauigkeit vorgezogen. 1 Ctr. (10 Grm.) Schlacken wird mit 16—17 Ctr. silberleerer Glätte, 25 Pfd. Quarz und 2 Pfd. Kohlentaub etwa in 20 Min. auf einen 90—100 Pfd. schweren Bleikönig verschmolzen, den man abtreibt und vom erhal-

1) B. u. h. Ztg. 1864. S. 56.
2) MALAGUTI und DUROCHER, über das Vorkommen und die Gewinnung des Silbers. Deutsch von HARTMANN. 1851. S. 3.
3) Bgwfd. XI, 49. — Polyt. Centralbl. 1846. S. 514. — DINGL. Bd. 100. S. 459.
4) Oestr. Ztschr. 1856. S. 105.
5) RITTINGER's Erfahr. 1857. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 147.

tenen Silber den durch eine besondere Probe ermittelten Silbergehalt der Glätte abzieht.

c) Die directe Abtreibeprobe kommt für gewisse Legirungen in Anwendung, welche neben Silber eine hinreichende Menge Blei (Werkblei, Frischblei) enthalten, oder für silberreichere Legirungen des Kupfers mit Silber, welche man direct mit Blei auf der Capelle abtreibt (Feinprobe, Münzprobe). Für letztere bedient man sich auch des volumetrischen Weges mit dem sichersten Erfolge (GAY-LUSSAC'sche Silberprobe). Auch Silberamalgam wird direct auf die Capelle in einer fast ganz kalten Muffel gethan, die Temperatur etwa $1^1/_2$ St. lang allmälig gesteigert und dann bei Zusatz des 6—8fachen Bleies abgetrieben.

Directes Abtreiben.

d) Die Eintränk- oder Ansiedeprobe passt für Erze und Producte jeder Qualität und jeden Gehaltes, sie kann im gewöhnlichen Probirofen oder vor dem Löthrohr angestellt werden, ist die am häufigsten angewandte und meist die genaueste von allen Proben auf trocknem Wege, jedoch bei der, wenn auch geringen Oxydirbarkeit und der Flüchtigkeit des Silbers nicht ohne Mängel hinsichtlich des Silberverlustes.

Ansiedeprobe.

Man schmilzt die Probesubstanz mit Blei auf einem Ansiedescherben (I, 132) unter der Muffel mit oder ohne Zuschläge (Borax, Glas) zusammen und treibt das silberhaltige Blei auf der Capelle ab. Während bei der ersteren Operation die Silberverluste nur gering sind, so treten sie beim Abtreiben mehr oder weniger hervor, je nach der Grösse des Silbergehalts, der genommenen Bleimenge, der angewandten Temperatur, der grösseren oder geringeren Porosität der Capellen, der Zeit des Abtreibens, der Anwesenheit von das Silber zur Verflüchtigung disponirenden Substanzen (Zink, Antimon, Arsen) etc. Während das Silber erst über seinen Schmelzpunct hinaus flüchtig wird, so machen es die genannten Substanzen theilweise schon in Rothgluth verdampfen. Da einestheils das Silber in höheren Temperaturen nicht feuerbeständig [1]) (I, 89) ist, so steigt der Silberverlust mit der Temperatur und der Zeit-

Silberverluste bei Ansieden.

1) B. u. h. Ztg. 1854. S. 125. — Bgwfd. XVII, 706; XIX, 33.

dauer des Abtreibens, also mit der Menge des Bleies; anderntheils wird Silber oxydirt[1]), als Ag^2O von gebildetem Bleioxyd aufgenommen und in die Capelle geführt (Silberverlust durch Capellenzug), und zwar um so mehr, je höher die Temperatur, je poröser die Capelle, je ärmer das Probirgut und je mehr Blei vorhanden. In letzterer Beziehung ergaben HAMBLY's[2]) Versuche, dass, wenn man 5 Grän Silber steigend mit 5—175 Grän Blei abtrieb, der Silberverlust auf 1000 Thle. von 5,5 bis 18,8 Thle. stieg. Hinsichtlich des Einflusses des Silbergehaltes auf den Silberverlust hat man z. B. auf Andreasberger Silberhütte auf dem Oberharze nachstehende Erfahrungen gemacht:

Silberverlust durch Capellenzug.

Silbergehalt in Lothen im Centner Erz.	Silberverlust.
1¼—4	4%
4¼—8	3 „
8¼—16	2 „
16¼—24	1 „
24¼—480	¾

In Freiberg rechnet man den Capellenzug gewöhnlich zu 3% des angelegten Silbers. Umfangreiche Versuche zur Ermittlung der Silberverluste beim Abtreiben sind von KLASEK[3]) mit Przibramer Geschicken sowohl, als mit reinem Silber und Blei angestellt, welche nachstehende hauptsächlichste Resultate ergeben haben:

a) Der procentische Silberverlust nimmt mit abnehmenten Gehalten zu und ist um so grösser, je mehr Blei man anwendet, wächst aber nicht im gleichen Verhältniss mit der Bleimenge. Der grösste Silberverlust findet am Ende des Treibens statt, indem sich etwa die Hälfte des gesammten Silberabganges in jenem kleinen Theile der Capellenmasse befindet, auf welchem das Abtreiben beendigt wird.

b) Beim Abtreiben in zu hoher Temperatur unter sonst gleichen Umständen kann der Silberverlust bis 50% höher

1) Oxydirbarkeit des Silbers nach ROSE und LENSSEN: ERDM. Journ. Bd. 85. S. 96.
2) B. u. h. Ztg. 1856. S. 361.
3) Oestr. Ztschr. 1857. S. 370.

sein, als wenn bei richtiger Temperatur getrieben wird, indem die Verflüchtigung von Blei und damit auch von Silber steigt und die Capellenmasse eine grössere Einsaugungsfähigkeit für das Bleioxyd wegen der grösseren Ausdehnung derselben durch die Hitze erhält.

c) Bei Anwendung reinen Silbers, welches in Quantitäten von 20—4 Loth regelrecht mit Villacher Blei angesotten und abgetrieben wurde, ergab sich ein summarischer Silberverlust von 4,34%, wovon der Abgang durch Verschlackung und Capellenzug 3,94%, mithin der durch Verflüchtigung 0,40% betrug. Dieser Verlust wird aber noch grösser, wenn man berücksichtigt, dass die erhaltenen Silberkörner nicht rein sind, sondern nach der GAY-LUSSAC'schen Titrirprobe 99,5—99,7% Feinsilber enthalten. Es stellt sich danach der Abgang bei der trocknen Probe noch um 0,4% höher.

d) Zu lockere Capellen bedingen einen grösseren Silberverlust, als richtig geschlagene, indem sie gieriger Blei- und Silberoxyd einsaugen, welches sich über eine grössere Masse verbreitet.

e) Je weiter man das Ansieden fortsetzt, um so kleiner wird der abzutreibende Werkbleikönig, um so grösser der Silbergehalt in den Ansiedeschlacken und um so geringer der Capellenzug. Der totale Silberverlust pflegt bei Erzeugung kleinerer Werkbleikönige, wobei aber die Scherben von der Glätte leicht durchgefressen werden, geringer zu sein, als bei grösseren.

f) Annähernd ergeben sich aus nachstehender Tabelle die Durchschnittsabgänge an Silber beim currenten Probiren von Przibramer Erzen mit 20—1 Lth. Silber [1]) im Centner, wobei man gewöhnlich 20—30 Proben auf einmal ansiedet und 20 auf einmal abtreibt, also jeder einzelnen Probe nicht die erforderliche Sorgfalt widmen kann:

---

1) 1 Ctr. = 100 Pfd. à 32 Lth. à 4 Quentchen à 4 Denar (I, 120).

Silbergehalt des Erzes im Centner.			Auf der Capelle ausbringbar.	Daher Abgang.	
Lth.	Quentch.	Denar.	Loth.	Gewicht. Denar.	Procent.
20	2	2,00	20	10,00	3,03
19	2	1,62	19	9,62	3,06
18	2	1,24	18	9,24	3,10
17	2	0,86	17	8,86	3,15
16	2	0,48	16	8,48	3,20
15	2	0,10	15	8,10	3,26
14	1	3,72	14	7,72	3,33
13	1	3,34	13	7,34	3,40
12	1	2,96	12	6,96	3,49
11	1	2,58	11	6,58	3,60
10	1	2,20	10	6,20	3,73
9	1	1,82	9	5,82	3,88
8	1	1,44	8	5,44	4,07
7	1	1,06	7	5,06	4,32
6	1	0,68	6	4,68	4,64
5	1	0,30	5	4,30	5,10
4	—	3,92	4	3,92	5,77
3	—	3,54	3	3,54	6,86
2	—	3,16	2	3,16	8,98
1	—	2,78	1	2,78	14,80

Wie die Untersuchungen von Malaguti und Durocher (c. l. S. 5), sowie von Plattner[1]) ergeben haben, ist der Capellenzug bei einem Gehalte von 1% Silber auf der Wage kaum merklich, weshalb man denselben bei silberarmem Probirgut, namentlich bei merkantilischen Erzproben ganz ausser Acht lässt (wiewohl sich derselbe beim Verschmelzen grösserer Erzmengen durch die Entstehung sogenannter Plussilber, Bd. I. S. 108, bemerklich macht), denselben aber bei silberreichen Legirungen (Münzen, Brandsilber, Blicksilber etc.) nach Tabellen wohl in Anrechnung bringt, deren Zusammenstellung das Resultat genauer Untersuchungen ist.

Die Münz- und Medaillen-Commission zu Paris nimmt für den in Rücksicht zu ziehenden Capellenzug bei Münzproben etc. nachstehende Tabelle[2]) zum Anhalten:

1) Löthrohrprobirkunst 1853. S. 545, 548.

2) Die Probirkunst nach Chaudet, l'art de l'essayeur, deutsch von Hartmann. 1838. S. 53.

Wahrer Silbergehalt.	Durch die Capellenprobe gefundener Silbergehalt.	Verlust oder Silbermenge, welche dem durch Cupellation gefundenen Gehalte zuzurechnen ist.	Wahrer Silbergehalt.	Durch die Capellenprobe gefundener Silbergehalt.	Verlust oder Silbermenge, welche dem durch die Capellenprobe gefundenen Gehalte zuzurechnen ist.
1000	998,97	1,03	500	495,32	4,68
975	973,24	1,76	475	470,50	4,50
950	947,50	2,50	450	445,69	4,31
925	921,75	3,25	425	420,87	4,13
900	896,00	4,00	400	396,05	3,95
875	870,93	4,07	375	371,39	3,61
850	845,85	4,15	350	346,73	3,27
825	820,78	4,22	325	322,03	2,94
800	795,70	4,30	300	297,40	2,60
775	770,59	4,41	275	272,42	2,58
750	745,48	4,52	250	247,44	2,56
725	720,36	4,64	225	222,45	2,55
700	695,25	4,75	200	197,47	2,53
675	670,27	4,73	175	172,88	2,12
650	645,29	4,71	150	148,30	1,70
625	620,30	4,70	125	123,71	1,20
600	595,32	4,68	100	99,12	0,88
575	570,32	4,68	75	74,34	0,66
550	545,32	4,68	50	49,56	0,44
525	520,32	4,68	25	24,78	0,22

Diese Zahlen sind indess nicht constant und differiren nach den Umständen, unter denen man arbeitet.

In Freiberg hat man z. B. etwas abweichende Resultate erhalten. Bei Brandsilber fand man wegen des Capellenzuges 0,0015—0,002 zu wenig Silber; in den mittleren Gehalten ist derselbe in der Tabelle zu niedrig angegeben. Es wurden z. B. gefunden auf nassem Wege 11 Lth. 17,6 Grän, auf trocknem Wege 11 Lth. 16 Grän, demnach Differenz = 1,6 Grän = 0,00555, während dieselbe nach der Tabelle 0,00452 ist. Dabei sind allerdings 16 Bleischweren angewandt, während die Differenz nach der Tabelle bei 11 Bleischweren erfolgte.

Nach Plattner gibt Feinsilber mit dem 5fachen Blei oft bis 0,009, d. h. pro Mark (zu 16 Lth. à 18 Grän) 2,592

Grän Verlust, Brandsilber mit 15 Loth Feine und dem 5fachen Blei 1,2—1,7 Grän = 0,0042—0,0059, Raffinatsilber mit 11—12 Loth Feine und dem 14—16fachen Blei 2,1—2,4 Grän = 0,0073—0,0083 Verlust. Zu **Arany-Idka** in Ungarn rechnet man beim Probiren von Amalgamationsrohsilber mit 600—700 Taus. Silber wegen des Capellenzuges noch 7—10 Taus. zu dem durch die Feinprobe gefundenen Gehalt.

Hauptsächlichste Proben.

Nach Vorstehendem reduciren sich die Silberproben auf trocknem Wege hauptsächlich auf die **Ansiedeprobe** auf gewöhnlichem docimastischen Wege und vor dem Löthrohr für Erze und sonstige Substanzen, welche keine silberreichere Legirungen von Silber und Kupfer sind; ferner für letztere auf die **Feinprobe**, da alle andern, auch die neuerdings von MÈNE[1]) und PISANI[2]) angegebenen Proben auf nassem Wege, selten Vorzüge darbieten.

Probenehmen.

Besondere Vorsicht erfordert das Probenehmen, weil sich der Silbergehalt im Probirgut (z. B. Lechen I, 116, Werkblei I, 113, Blick- und Brandsilber I, 111 etc.) häufig ungleichmässig vertheilt findet, und wenn geschmeidige und spröde Silbererze (I, 116) mit einander vorkommen. Man muss sehr feine Probensiebe anwenden, z. B. solche mit 80 Löchern pro Linearzoll, wie auf den VIVIAN'schen Werken in **Swansea**.[3])

Modificationen.

I. Ansiedeprobe auf gewöhnlichem docimastischen Wege.

Die bei dieser Probe vorkommenden Modificationen werden bedingt:

Einfluss des Silbergehaltes.

a) durch die **Grösse des Silbergehaltes**, welcher weniger auf die anzuwendende Bleimenge, als die zu nehmende Menge Probirgut, die Anzahl der jedesmaligen Proben und das Auswiegen der Silberkörner von Einfluss ist.

Modif. b. Einwiegen.

α) Bei mittelreichen Substanzen, welche im Centner

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 216. — Polyt. Centralbl. 1858. 1. Lief.
2) B. u. h. Ztg. 1857. S. 122.
3) B. u. h. Ztg. 1862. S. 242.

(I, 120) nicht unter 1 Pfundtheil Silber enthalten, wird je nach den fremden Beimengungen, welche einen grösseren oder geringeren Bleizusatz nöthig machen, den der Ansiedescherben fassen muss, $^1/_2$ –1 Centner Probirgut angewandt. — Von armen Erzen etc. wird zur Erlangung eines auswägbaren Silberkornes eine grössere Anzahl Proben zu $^1/_2$ bis 1 Ctr. jede eingewogen, je 2—4 der erhaltenen Bleikönige auf einem Scherben zusammen verschlackt und diese Operation mit den jedesmal erfolgenden Königen so oft wiederholt, bis der Silbergehalt sämmtlicher Proben in einem König concentrirt ist, den man abtreibt (Concentrationsprobe); seltener und dann nur bei leichtflüssigen, nicht über das 5—8fache Blei erfordernden Proben lassen sich 2 Centner auf einmal ansieden oder 2 Könige sofort auf 1 Capelle abtreiben. — Von sehr reichen Erzen etc. (z. B. über 1 procentigen) verwendet man $^1/_2$—$^1/_4$ Ctr. oder noch weniger ($^1/_2$ — 1 Gramm), weil ein grösseres Silberkorn leichter spratzt und der Silberverlust durch Verflüchtigung und Capellenzug beim Auswägen um so merklicher wird (Seite 12).

Zahl der anzustellenden Proben.

β) Ueber die Anzahl der für eine Substanz anzustellenden Proben existiren auf den verschiedenen Werken gewöhnlich bestimmte Vorschriften. Je gleichmässiger sich ein mittlerer Silbergehalt im Erze vertheilt findet und je weniger flüchtige, das Verdampfen desselben befördernde Substanzen vorhanden, um so weniger Proben sind zur Erhaltung stimmender Resultate zu machen, dagegen um so mehr, wenn dieses nicht der Fall (zusammen vorkommende geschmeidige und spröde Silbererze S. 14, silberhaltiger Krätz, mit Blei gemengter Treibabzug etc.) und das Erz reicher wird. Zuweilen kann, wenn z. B. silberreiche Erze gediegenes Silber, Glaserz, Rothgültigerz etc. enthalten, das Probenehmen so ungenau werden, dass man vorzieht, ein vorhandenes geringeres Erzquantum in Tiegeln oder auf Ansiedescherben ganz aufzuarbeiten, auch wohl dasselbe beim Abtreiben einzutränken und aus dem Mehrausbringen an Silber den Gehalt daran im Erz zu berechnen. Je silberreicher die Erze werden, um so ungleichmässiger pflegen sie zusammengesetzt zu sein.

Es werden z. B. auf den **Freiberger**[1]) und beim Ankauf fremdländischer Erze auf den **Oberharzer Hütten** die Proben auf Silber eingesetzt:

2fach	bei	1—40	Pfdthl. (Quint) Ag im Ctnr.
3 „	„	40,5—80	„ „ „ „ „
4 „	„	80,5—150	„ „ „ „ „
6 „	„	150,5—300	„ „ „ „ „
8—10 „	„	300,5 u. darüber	„ „ „ „

Auswägen der Proben.

γ) Das Auswägen der Proben geschieht im Allgemeinen bis auf halbe Pfundtheile (Quint) auf der Kornwage (I, 121); von den mehrfachen Proben ermittelt man den Durchschnittsgehalt und gibt in **Freiberg** den Silbergehalt

bei	1—25	Pfdthln. im Ctr.	von 0,5 zu 0,5 Pfdthln.
„	25,5—200	„ „ „ „	1 „ 1 „
„	200,5 und mehr	„ „ „	2 „ 2 „

an; differiren die Proben der einzelnen Probirer um 1 Pfundtheil und darüber, so werden Schiedsproben angestellt.

Auf den **Oberharzer** Hütten werden die Gehalte der Bleierze bis auf 1/2 Quint (Pfundtheil) bestimmt und es ist bei einem Gehalte bis 50 Quint 0,5 Qt. Differenz gestattet.

Zu **Przibram** sind nachfolgende Gehaltsdifferenzen zulässig:

bis	zu 4 Loth	eine Differenz	von	1/4 Loth
von	4—8 „	„ „	„	1/2 „
„	8—16 „	„ „	„	3/4 „
„	1—2 Mark	„ „	„	1 „
„	2—4 „	„ „	„	1 1/2 „
„	4—8 „	„ „	„	2 „
„	8—16 „	„ „	„	3 „
„	16 u. mehr	„ „	„	4 „

Die Schiedsgehalte werden bis auf Denare (1/16 Loth) genau berechnet.

Einfluss der fremden Beimengungen

b) Durch die Anwesenheit erdiger und metallischer Beimengungen der Qualität und Quantität nach, welche variable Zuschläge an Blei und Flussmittel und eine verschiedene

1) Regulativ für den Einkauf sächsischer Erze etc. Freiberg 1859. S. 19.

Leitung der Temperatur erfordern. Durch das Schlämmen einer Probe auf einem kleinen Trog lässt sich die ungefähre Menge der Erden und die Qualität der Schwefelmetalle etc. erkennen.

Bleimenge

α) Die Menge des Kornbleies, welches einmal das Silber aufnehmen, dann theilweise in Oxyd verwandelt Schwefelmetalle oxydiren und mit gebildeten Oxyden, Kieselsäure etc. sich verschlacken soll, beträgt gewöhnlich das 5—20fache von dem angewandten Erz, und zwar muss man um so mehr davon nehmen, je mehr Schwefel vorhanden und je schwieriger die verschiedenen Schwefelmetalle sich durch das Bleioxyd zerlegen lassen. Je schwieriger letzteres geschieht, um so länger dauert der Prozess, um so mehr Blei verdampft und um so mehr muss deshalb zur Anwendung kommen. Wie aus den Versuchen von BERTHIER [1]) hervorgeht, erfordern kupferhaltige Erze mehr Blei, als bleiische und zinkische, und zwar um so mehr, je reicher an Kupfer sie sind, das meiste Blei aber nickel- und kobalthaltige Substanzen, deren Oxyde sehr strengflüssig sind. Steigt der Nickel- und Kobaltgehalt über 4—5%, so müssen solche Erze etc. wiederholt mit jedesmaligem Bleizusatz verschlackt werden, weil sonst ein Theil Nickel und Kobalt im Werkblei bleibt, sich, namentlich Nickel, nur schwierig oxydirt und bei dessen Abtreiben sich eine nicht in die Capelle ziehende Kruste bildet.

Noch schwieriger, als die Schwefelmetalle sind Legirungen zu verschlacken, welche Kupfer enthalten (Schwarzkupfer, Gaarkupfer etc.) und es bedarf reines Kupfer, um oxydirt und vom Bleioxyd in die Capelle geführt zu werden, mindestens des 16fachen Bleies. Eine vorherige Röstung schwefelreicher Substanzen führt meist zu grösseren Silberverlusten, als ein sofortiges Ansieden im rohen Zustande, wie Versuche von MARKUS [2]) ergeben haben. Es kann einestheils beim Rösten Silber verflüchtigt werden (z. B. bei einem Gehalt an Antimon, Arsen, Zink), theils

1) Pogg. Ann. Bd. 15. S. 278.
2) Oestr. Ztschr. 1856. S. 105.

demnächst als schwefelsaures Silberoxyd in die Poren des Röstscherbens gelangen.

Als Probirblei (I, 143) wendet man am zweckmässigsten durch Pattinsoniren so weit entsilbertes Blei (Oberharz, Freiberg) an, dass in 100 Ctrn. davon nicht über 0,5 Pfdthl. oder Quint Silber enthalten sind. Nimmt man gewöhnliches Frischblei, so muss damit eine Ansiedeprobe angestellt und das dabei erfolgende Silberkorn demnächst zu den Gewichten gelegt werden.

ssmenge. β) Der Boraxzusatz kann 0—100% und mehr betragen, je nach der Anwesenheit saurer oder basischer Erden und sonstiger strengflüssiger Substanzen (Zinkblende, Kobalt- und Nickelerze, Zinnlegirungen etc.). Erze mit Quarz oder Silicaten bedürfen gar keines Zuschlages davon, dagegen viel an Kalkspath und Zinkblende reiche Erze. Man darf auf einmal nicht zuviel (höchstens bis 20 Pfd.) Borax zusetzen, weil sonst sofort eine flüssige Schlackendecke entsteht und der Sauerstoff nicht auf die darunter befindlichen Schwefelmetalle einwirken kann. Ist mehr Borax nöthig, so setzt man denselben vor dem letzten Heissthun nach.

Statt Borax oder gemeinschaftlich mit demselben wendet man auch wohl Glas oder Quarz oder einen vorher zubereiteten Fluss (z. B. zu Schemnitz[1]) aus einem zusammengeschmolzenen Gemenge von gleichen Theilen Bleiglas und Boraxglas) an.

ung der peratur. γ) Hohe Temperaturen erfordern besonders nickel- und kobalthaltige, sowie zinkische und arsenikalische Erze, damit Zink und Arsen sich möglichst verflüchtigen, eine völlig geschmolzene Schlacke entsteht und sich kein sprödes, schwieriger abzutreibendes Bleikorn erzeugt. Man befördert die Verflüchtigung wohl durch Auflegen kleiner Stückchen Kohle auf die zinkischen Proben und streut bei arsenikalischen Erzen auf den erstarrten silberhaltigen Rand zuletzt etwas Kohlenstaub, wodurch Blei reducirt wird, dieses beim Niedersinken noch Silber aufnimmt und durch die Temperaturerhöhung beim Verbrennen des Kohlenstaubes der Rand flüssig wird.

1) Oestr. Ztschr. 1856. S. 269.

Man wiegt auf der Einwiege- oder Vorwage (I, 122) 1 Ctr. (nach Umständen auch mehr oder weniger S. 14) Probirgut ab und mengt dasselbe mit der Hälfte des anzuwendenden Bleies im Ansiedescherben, breitet die andere Hälfte Blei darüber und thut obenauf den Borax. Bei der angegebenen Art des Mengens von Blei mit dem Probirgute entzieht sich nicht leicht ein Theil des letzteren der Einwirkung des ersteren.[1]) Silberfreies Kornblei kann in einem Löffel abgemessen, silberhaltiges muss gewogen und sein Silbergehalt in Abzug gebracht werden (S. 18).

Verfahren bei der Ansiedeprobe.

Beschicken.

Als Beispiele für verschiedene Beschickungen mögen folgende gelten:

Silberhaltige Substanzen.	Einwage. Ctr.	Blei. (fach.)	Borax. (Proc.)	Bemerkungen.
Abstrich	1--2*			Schmelzen auf Pb (II, 22) Ansieden des Königs mit dem 4f. Kornblei.
Abzug	1			Trennung des Metallischen vom Oxydischen durch Sieben, Untersuchung beider für sich auf Blei (II, 22) und Ansieden der Bleikönige mit dem 8f. Kornblei.
Amalgam, vid. S. 9. .				
Amalgamirrückstände .	1	12—15	bis 15	Die Könige von 2 Proben werden auf einer Capelle abgetrieben, nachdem die Probe mit heisser Kochsalzlösung so lange extrahirt worden, bis die Lösung ein blankes Kupferblech nicht mehr weiss beschlägt.
Antimonerze	$^1/_4$	16	bis 50	
Antimonsilber	$^1/_4$	32	bis 75	
Argentan	$^1/_2$	20—24	bis 40	
Arsenikalische Erze . .	$^1/_2$—1	bis 16	bis 50 u. mehr	Hohe Temperatur beim Einschmelzen (S. 18).
Blei und zwar a) silberarmes Blei (Probirblei, Pattins. Armblei, Frischblei etc.).	8 bis 100			Bis 100 Ctr. Blei (z. B. Probirblei) werden zu 4—8 Ctr. auf je einem Scherben verschlackt, sämmtliche Könige durch Verschlacken zu einem einzigen von 4—5 C. Gew. concentrirt u. dieser abgetrieben. Man erhält einen höhern Silbergehalt, wenn man eine grössere Anzahl solcher silberarmen Proben direct theilweise abtreibt, das Flüssige nach und nach zusammengiesst und zuletzt auf einer Capelle abtreibt.

1) v. Berks in Oestr. Ztschr. 1856. S. 362.

Silberhaltige Substanzen.	Einwage. Ctr.	Blei. (fach.)	Borax. (Proc.)	Bemerkungen.
b) silberhaltiges Blei (Werkblei, Hartblei etc.).	4–6			4–6 Ctr. werden direct Capelle abgetrieben, oder handenen Unreinigkeiten oder bei Zusatz von 4– Blei zuvor verschlackt blei, Abzugswerke).
Bleiglanz, reiner . . .	1	5–6	0–15	
„ kiesiger . .	1	8–12	20–30	
„ blendiger . .	1			
Bleispeise	½	10–20	15–25	Könige von 2 Proben n verschlackt; bei vorwalt. gehalt mehrm. Concentr.
Bleistein, bleireicher . .	1	8–10	5–10	
„ eisenreicher .	1	9–12	15–20	
„ kupferreicher .	½	12–16	15–20	
„ kupfer-, nickel,- u. kobalthalt. (unter 5%).	½	12–20	15–20	
Bronze	¼–½	20–24	20–25	Borax und mehr, oder etw nöthigenf. Concentr. d. Ble
Darrkupfer	½	16–20	10–15	
Dürrerze, quarzige . .	1	8	—	
„ basische . .	1	8	bis 100	Nachsetzen des Boraxes.
„ bas. u. saure	1	8	15–20	
„ kiesige . .	1	9–10	15–20	später ebensoviel Borax nachsetzen.
„ sehr kiesige .	½	10–15	10–15	desgl.
„ blendige . .	1	10–12	10–15	desgl.
„ kupferhaltige	½	12–15	10–20	
Eisen, Roheisen u. Stahl.	1	8–12	10–15	Das Eisen wird zuvor u Muffel bei Luftzutritt od Salpetersäure oxydirt, ode mit dem 8–10f. Schwefel und nochmals Schwefel
Eisensauen, wie Eisen.				
Fahlerze	1	12–15	15	
Fluthafter	½–1	12–15	10–15 u. mehr.	Concentrationspr. m. b. 30
Gaarkupfer	½	18–20	2–10	Das Gekrätz wird in g Menge gepocht, gesiebt, d feine (1 Pfd.) zur Besti der Nässe getrocknet, trocknete gesiebt, aus de groben das Eisen mit Magnet ausgezogen, v Gröbe und dem Feinen dere Proben genommen, v terem 4–6 Ansiedeprob macht und der Gesamm in beiden berechnet. ein Minimum gebrachte wird am besten ganz ang Vorheriges Glühen der M einem Kohlengehalt zur dung des Spritzens beim A
Gekrätz, gold- u. silberhaltiges	1	8–10	30–50	

Silberhaltige Substanzen.	Einwage. Ctr.	Blei. (fach.)	Borax. (Proc.)	Bemerkungen.
Glätte (S. S. 8).				
Herd, bleiischer . . .	1	6—8	10—20	Oder wie Glätte.
Kanonenmetall . . .	$^1/_2$	20—24	20—25	
Kienstöcke	$^1/_2$	16—20	5—10	
Kobalthaltige Erze . .	$^1/_2$	10—20	100—200	Bei mehr als 5% Ni Concentrationsprobe (S. 17); beim Ansieden muss eine entstehende Nickelkruste zur Seite geschoben werden, wenn das Metallbad nicht mehr dampft.
Kobaltspeise, wie Bleispeise.				
Kupferextractionsrückstände	$^1/_2$	16	5—10	
Kupferhaltige Erze . .	$^1/_2$	10—20	10—15	
Kupferstein mit bis 50% Cu.	1	10—16	10—15	
Kupferstein mit 60% u. mehr	$^1/_2$	16	10—18	2 Proben angesotten und die Könige concentrirt.
Messing	$^1/_2$	20—24	15—20	
Nickelhaltige Erze . .	$^1/_2$	20	100—200	siehe kobalthalt. Erze.
Ofenbrüche	$^1/_2$—1	12—14	10—15	
Rohstein	1	10—12	bis 30	Nachsetzen von Borax. Hohe Temperatur.
Rückstände v.d. Schwarzkupferamalgamation u. Silberextraction.	1	8—10	5—10	
Schlacken	$^1/_2$—1	8—10	15—20	u. mehr Borax mit Nachsetzen; Concentrationsprobe.
Schwarzkupfer, wie Gaarkupfer.				
Schwefelkies, wie kiesige Dürrerze.				
Silber, ged. mit andern Erzen	$^1/_4$	10—15	20—25	Ged. Ag. oder Glaserz mit spröden Schwefelmetallen: die Probe wird getrocknet, gewogen, gerieben, durch ein feines Sieb geschlagen, das zurückbleibende Silber gewogen, in 1 Probe angesotten, von der durch die Differenz gefundenen Menge des Siebfeinen 5 — 6 Ansiedeproben gemacht und aus dem Gehalt des Groben und Feinen der Silbergehalt berechnet.
Tomback, wie Messing.				
Zinkische Erze . . .	$^1/_2$—1	10—16	15—25	und mehr. Hohe Temper. (S. 18).
Zink, silberhaltiges . .	$^1/_4$	16	15—20	
Zinnhaltige Erze . . .	$^1/_4$—$^1/_2$	20—30	15—25	mit Nachsetzen und mehrmaligem Ansieden mit Blei.
Zinnlegirungen, siehe Bronze.				

Heiss-... der An-...den.

Die Ansiedeproben werden, und zwar solche mit strengflüssigeren Erzen mehr nach hinten hin, in den hellrothglühenden Muffeloffen eingesetzt, abgeäthmete Kohlen davor gelegt und bei geschlossener Muffelmündung so lange (15 bis 20 Min. und länger) Gelbrothglühhitze gegeben, bis der flüssige Scherbeninhalt eine völlig glatte Oberfläche ohne darauf schwimmendes Ungeschmolzenes zeigt, das weissglühende Metallbad stark dampft und am Rand sich ein dunklerer, nicht dampfender glatter Schlackenring zeigt.

Bei diesem Schmelzen sinkt zunächst die flüssig gewordene Bleidecke zu Boden, die leichteren Erztheile gelangen auf die Oberfläche, wobei schon eine theilweise Silberaufnahme durch das Blei stattfindet, indem dasselbe, wie beim Eintränken der Silbererze, Schwefelsilber, Antimonsilber etc. unter Bildung von Schwefelblei, Antimonblei etc. zerlegt und das ausgeschiedene Silber vom überschüssigen Blei aufgenommen wird. Da der Sauerstoff der Luft beim Schmelzen nicht ganz ausgeschlossen werden kann, so werden die auf die Oberfläche gegangenen Schwefelmetalle zum Theil schon oxydirt, desgleichen ein Theil Blei, auch bildet sich durch Einwirkung des Borax auf die Erden und Oxyde eine sich nach dem Rande zu ziehende Schlacke, während der grösste Theil der geschmolzenen Antimon-, Schwefelmetalle etc. theils in der Schlacke (als Oxysulphurete), theils im Blei aufgelöst bleibt, theils auf dem Metallbade schwimmt. Höhere Schwefel- und Arsenverbindungen entlassen flüchtige Bestandtheile, Zink verdampft mit schön weiss brennender Flamme. Je nach der Beschaffenheit der Erze muss die Temperatur beim Ansieden höher oder niedriger sein (S. 18).

Auf manchen Werken, z. B. zu Arany-Idka weicht diese erste Periode etwas von der beschriebenen ab. Man setzt 20—30 Proben (½ Ctr. Erz, 8 Ctr. granulirtes Villacher Blei und 15—20 Pfd. Borax) in die Muffel, gibt starke Hitze, bis das Blei geschmolzen und das Erz auf die Oberfläche gegangen ist, öffnet die Muffelmündung bei etwas geschlossenem Register, um das Erz abzurösten, steigert nach 15—20 Min. die Temperatur langsam so weit (20—30 Min.), bis die sich bildende Schlacke am Rande des Scherbens einen vollständig geschlossenen, flüssigen Ring auf dem röth-

lich weissglühenden starkdampfenden Metallbade bildet und leitet dann die Verschlackungsperiode ein.

Jetzt beginnt die zweite Periode, das Verschlacken oder Kaltthun. Man nimmt die Kohlen aus der Muffel, legt in deren Mündung nur eine niedrige Kohle, lässt durch erstere Luft zutreten und erniedrigt die Temperatur. Dabei oxydirt sich hauptsächlich das Blei, das gebildete Bleioxyd wirkt wieder kräftig oxydirend auf die noch vorhandenen Schwefel-, Arsen- und Antimonmetalle und, im Ueberschuss vorhanden, veranlasst es die Verschlackung der gebildeten fremden Oxyde. Die Silberverbindungen werden durch das Bleioxyd leicht zerlegt und das ausgeschiedene Silber in dem Bleiüberschuss angesammelt. Man setzt diesen Oxydationsprozess so lange fort (15—30 Min.), bis die Oberfläche des Bleibades ganz oder fast ganz zugeschlackt ist. Nimmt man gleich anfangs zu viel Borax, so überzieht sich schon beim Einschmelzen das Metallbad ganz mit einer Schlackenschicht, es können in der nachfolgenden Verschlackungsperiode die Schwefelmetalle nicht völlig zerlegt werden und es erfolgt eine silberhaltige Schlacke. Vermag das Bleioxyd allein die gebildeten Metalloxyde nicht aufzunehmen oder sind viel basischige Erden (Kalkspath) oder strengflüssige Substanzen vorhanden und es bedarf deshalb eines grösseren Boraxzusatzes (S. 18), so gibt man diesen theils von vorn herein, theils am Ende der Verschlackungsperiode nach Vollendung der Oxydation der Schwefelmetalle. Bildet sich bei nickelhaltigen Erzen etc. eine strengflüssige Kruste, so muss man dieselbe von Zeit zu Zeit zurückschieben. Die Menge des zuzusetzenden Bleies, welches nach Vorstehendem das Silber aufnehmen, als Oxyd Schwefel-, Antimon- und Arsenmetalle zerlegen und dann die gebildeten Oxyde verschlacken soll, richtet sich nach den oben (S. 17) angegebenen Umständen.

Kaltthun oder Verschlacken.

Hinsichtlich des Silberausbringens empfiehlt es sich, das Verschlacken möglichst weit zu treiben, weil bei dieser Operation weniger Silber verloren geht, als beim Abtreiben, und zwar um so weniger, je kleiner der Bleikönig ist; es zerstört jedoch bei zu langer Dauer des Verschlackens die Glätte leicht den Scherben (Durchgehen der Scherben).

Bei zinkischen Erzen legt man wohl, wenn die Schlacke zu steif wird, eine abgeäthmete Kohle auf die Probe, bis unter Verbrennen von Zink das Metallbad blank geworden und die Glättebildung beginnt; bei arsenikalischen Erzen streut man Kohlenpulver auf (S. 18).

ztes Heissthun.

Da während des Verschlackens der Scherbeninhalt stark abgekühlt ist, so gibt man, damit sich Metall und Schlacke gehörig sondern, noch eine 5 Min. lange starke Hitze bei geschlossener Muffelmündung und giesst dann die Proben mittelst einer Gabelkluft (I, 136) in mit Kreide oder Röthel ausgestrichene Vertiefungen eines angewärmten Eisen- oder Kupferbleches (Giessblech) behuf des raschern Erkaltens aus, nach welchem die Könige entschlackt und zu an den Ecken und Kanten abgestumpften Würfeln geklopft werden, damit sie die Capellen beim Aufsetzen nicht beschädigen.

Sollten Probirscherben durchgegangen sein, so gibt man dem Muffelboden vor dem Einsetzen der Capellen einen Ueberzug von Knochenmehl oder von gestossenen Probirscherben (Austhonen der Muffel).

Abtreiben.

Nachdem etwa 12 in 2 Reihen des vordern Drittels der Muffel aufgestellte Capellen (I, 134) $^1/_4$—$^1/_2$ Stunden lang stark durchgeglüht (abgeäthmet) sind, setzt man die Werkbleikönige von vorn nach hinten in die — vorher wohl nochmals herausgenommenen, ausgeblasenen und nochmals rasch angewärmten — Capellen ein und bringt das Blei bei zugelegter Muffel möglichst rasch zum Antreiben, was erfolgt ist, wenn das geschmolzene Blei eine blanke Oberfläche zeigt und raucht.

Dann wird die Muffelmündung bis auf eine eingelegte niedrige Kohle geöffnet und — bei fast eingestellter Feuerung in Steinkohlenmuffelöfen während des Treibens und bei geschlossenen Luftzügen in Holzkohlenmuffelöfen — zur Verminderung des Silberverlustes die Temperatur noch dadurch erniedrigt, dass man unmittelbar hinter die Capellen kalte Probirscherben stellt oder — jedoch nur bei reicheren Geschicken im Holzkohlenmuffelofen — die Proben durch ein darüber hin geführtes Kühleisen abkühlt. Die Temperatur ist zum Abtreiben richtig, wenn der aufsteigende Bleirauch wirbelt, das Metall gelbroth erscheint, mit einem

schmalen dunkleren Glättrand umgeben ist und sich Federglätte bildet. Bei zu hoher Temperatur steigt der Rauch aus dem weissglühenden, von keinem Glättrand umgebenen Metallbade ohne Bildung von Federglätte gerade in die Höhe; bei zu niedriger Temperatur schleicht er langsam über die Capellen hin, der dunkle Glättrand nimmt überhand und die Probe kann erstarren (erfrieren). Werden die Proben etwas zu kühl, so legt man kleine Kohlen bis zur Capellenhöhe vor dieselben; hilft dies nicht, so sind wirksamere Mittel das Herausnehmen der leeren Scherben und ein Nachfeuern. Bei einem Kupfergehalt erstarrt die Legirung leichter, das Abtreiben geht langsamer und die erkaltete Capelle ist statt gelb gelbgrün. Bei einem grössern Antimongehalt pflegt die Capelle leichter zu reissen. Gegen Ende des Prozesses, wo die Legirung strengflüssiger wird, muss die Temperatur erhöht werden, damit das Korn vollständig abblickt und an der Unterseite der Körner kein Blei (Bleisack) oder Glätte haften bleibt, was sich durch das Ansehen zu erkennen gibt. Diese Erhöhung der Temperatur, verbunden mit der Verminderung der Bleimenge, trägt zu einer grössern Silberverflüchtigung bei, als sie zu Anfang des Treibens ist, namentlich bei zu flachen Capellen. Dann werden die Capellen — bei grössern Silberkörnern mit der Vorsicht, dass sie nicht spratzen, langsam — herausgenommen, die Silberkörner mit der Kornzange ausgestochen, mittelst der Kornbürste gereinigt, auf ein mit Vertiefungen versehenes Bleiblech gelegt und ausgewogen (S. 16).

Die Grösse der Capellen richtet sich nach der des Bleikönigs, wobei man annimmt, dass erstere etwa das Doppelte ihres Gewichtes Blei einsaugen können. Bei Anwendung von 8—25 Probircentnern (à 3,75 Gramm) Kornblei zur Ansiedeprobe genügen Capellen von etwa $1^7/_{16}$ Zoll oberem ganzen und $1^5/_{16}$—1 Zoll lichtem Durchmesser, $^3/_4$ Zoll ganzer Höhe und $^6/_{16}$—$^7/_{16}$ Zoll Vertiefung.

II. Ansiedeprobe vor dem Löthrohr.

Nach PLATTNER [1]) lassen sich folgende Proben anstellen: Verschied Proben

[1]) PLATTNER, Probirkunst mit dem Löthrohr. 1853. S. 526.

1) Silberhaltige Erze und Hüttenproducte, welche keine Legirungen sind. Das Probirgut wird mit feingesiebtem, möglichst silberfreien Probirblei und Boraxglas angesotten und das dabei erfolgende Werkblei in zwei Perioden (Haupt- und Feintreiben) auf einer Capelle abgetrieben. Dabei kommen folgende einzelne Operationen vor:

a) Beschicken. Die Menge des anzuwendenden Boraxglases richtet sich nach der Strengflüssigkeit der Probesubstanz, gewöhnlich genügt für strengflüssige Proben (Schwefelkies, Arsenikkies, Nickel- und Kobalterze) ein gehäuftes Löffelchen (Bd. I. Taf. II. Fig. 45) voll oder auf 1 Probircentner (100 Milligr.) Probemehl etwa 1 Ctnr. Boraxglas.

Die Grösse des Bleizusatzes richtet sich nach dem Gehalte des Erzes etc. an schwer verschlackbaren und abtreibbaren Substanzen, namentlich an Nickel und Kobalt. Sind nicht über 7% Cu und 10% Ni vorhanden, so genügen für 1 Probircentner Probemehl 5 Ctr. Probirblei; bei 12—30% Cu (Bournonit, Eukairit, Zinnkies) 7 Ctr. Blei; bei 30—50% Cu (Silberkupferglanz, Kupferkies, Kupferwismutherz, Fahlerz, Kupferblende, Tennantit, Kupferstein) 10 Ctr. Blei und ebensoviel bei 10—40% Ni, Co und Cu (Bleispeise) und 40—50% Ni und Co (Kobaltspeise); bei 65—70% Cu (Buntkupfererz und Kupferindig) 12 Ctr. und bei 80% Cu (Kupferglanz) 15 Ctr. Probirblei. 1 Ctr. Molybdänglanz bedarf zur vollständigen Zersetzung 1½ Ctr. Soda, 1½ Ctr. Boraxglas und 5 Ctr. Blei; Glätte und Abstrich, weil sie hinreichend bleihaltig sind, auf 5 Ctr. ½ Löffelchen Soda und ½ Löffelchen Borax.

Dürrerze, geröstete Bleierze und Silbererze, Amalgamir- und Extractionsrückstände, Chlor-, Brom-, Jod- und Bromchlorsilber, Silberschwärze, Heerd, silberhaltige Schlacken und silberhaltiges Gekrätz wird in Quantitäten von 1—2 Ctr. jeder Ctr. mit 5 Ctr. Kornblei und einem Löffelchen voll Borax angesotten und das Werkbleikorn mit oder ohne Zusatz von Blei ab-

getrieben. Das Probirblei wird auch wohl abgemessen (Bd. I. Taf. II. Fig. 46).

Die in der Mengkapsel (Bd. I. Taf. II. Fig. 44) mittelst des Löffelstiels gemengten Ingredienzien werden mit einem Pinsel in einen unten geschlossenen Cylinder von Sodapapier gestrichen, dieser hierauf geschlossen und entweder in die cylindrische Vertiefung einer mittelst des Kohlenbohrers auf dem Querschnitt ausgebohrten Kohle oder in einen etwas mehr als gewöhnlich ausgeweiteten Kohlentiegel (Bd. I. Taf. II. Fig. 39) eingedrückt, der dann auf einen Bimsteincylinder gesetzt wird. Zwischen Tiegelwand und Sodapapiercylinder muss ein kleiner Zwischenraum bleiben.

b) Ansieden. Mittelst einer schwachen Reductionsflamme zerstört man den oberen Theil des Papiercylinders, bedeckt dann die ganze Probe unter öfterem Wenden zur Ansammlung der Bleikörnchen so lange mit einer starken, 30—35° geneigten Reductionsflamme (Bd. I. Taf II. Fig. 38), bis die mit derselben sorgfältig bedeckt gewesene Schlacke eine Kugelform annimmt, vollkommen dünnflüssig und frei von Bleikörnern wird. Unter solchen Umständen hat sich alles Silber im Blei angesammelt, die erdigen Bestandtheile haben sich verglast und das Ansieden ist beendigt, wenn das Erz etc. keine flüchtigen Substanzen enthielt. Ist dieses der Fall, so leitet man, um die flüchtigen Substanzen zu verflüchtigen und leicht oxydir- und verschlackbare Metalle (Fe, Sn, Co) zu entfernen, die Oxydationsflamme in etwas weiterer Entfernung so lange auf das Bleikorn, bis dasselbe durch eine lebhafte rotirende Bewegung seine Reinheit zu erkennen gibt, weiss und nach dem Erkalten bleigrau wird und das verschlackte Bleioxyd unter lebhaftem Brausen in Berührung mit der Kohle sich wieder reducirt. Kupfer, Schwefel und Antimon enthaltendes Werkblei zeigt keine weisse Farbe und muss beim Abtreiben noch mit etwas Blei versetzt werden.

Das beim Neigen der Kohle an die Seite gegangene Bleikorn lässt man erkalten, fasst dasselbe mit einer Stahlzange, bricht es von der Schlacke los, befreit es, in Papier gewickelt, von dieser vollständig durch einige leise Hammer-

schläge auf dem Stahlambos und schlägt es auf diesem zu einem kleinen Würfel.

c) Haupttreiben. Man schlägt in einem Capelleneisen aus gesiebter Knochenasche mittelst einiger leichter Hammerschläge auf den Bolzen eine Capelle, setzt das Capelleneisen auf den Halter (Bd. I. Taf. II. Fig. 36, 37), äthmet die Capelle ab, setzt das Werkblei mitten darauf, treibt mit einer scharfen, das Korn berührenden Oxydationsflamme an und leitet dann anhaltend eine 30° geneigte, durch tieferes Eintauchen der Löthrohrspitze erzeugte, recht feine blaue Flamme (Bd. I. Taf. II. Fig. 36) so aufs Werkblei, dass dasselbe in mässiger Rothgluth erhalten, aber nicht von der Flamme berührt wird und die sich bildende Glätte um das treibende Blei herum erstarrt. Bei zu hoher Temperatur verdampft das Blei und die Glätte zieht sich in die Capelle, bei zu wenig Hitze häuft sich die Glätte zu stark an und die Probe hört auf zu treiben, sie erfriert. Hat sich bei richtig geleiteter Temperatur die Glätte stark angehäuft, so bringt man das Korn durch Drehen des Capelleneisens auf eine andere Stelle und setzt das Treiben so lange fort, bis dasselbe etwa die Grösse eines kleinen Senfkorns erreicht hat. Dann lässt man das concentrirte Werkbleikorn allmälig erstarren, trennt dasselbe mit Hülfe der Pincette von Glätte und Knochenmehl und schlägt es breit.

d) Feintreiben. Das Werkbleikorn wird mehr an den Rand einer abgeäthmeten, möglichst glatten, mit geschlämmtem Knochenmehl überzogenen Capelle gelegt, mittelst einer so viel als möglich niederwärts gerichteten Oxydationsflamme zum Treiben gebracht und dann der Umkreis um das Korn mit einer 40—45° geneigten Flamme dadurch fortwährend ins Glühen versetzt, dass man den Halter langsam im Kreise dreht (Bd. I. Taf. II. Fig. 37). Die Hitze muss so stark sein, dass das Blei fortwährend treibt und die Glätte in die Capelle einzieht. Sobald die Oberfläche des Silbers mit reiner Farbe zum Vorschein kommt, entfernt man die Probe langsam von der Flamme, lässt sie, um das Spratzen zu vermeiden, langsam erstarren und hebt das Silberkorn mittelst einer spitzen messingnen Pincette von der Capelle ab.

e) Gewichtsbestimmung. Das von 1 Probircentner Schmelzgut erhaltene Silberkorn wird entweder bei hinreichender Grösse (0,5% und darüber) gewogen, oder, ist es hierzu zu klein, so zwischen die beide convergirenden Linien eines elfenbeinernen Massstabes gebracht, dass dasselbe genau von denselben tangirt wird; eine zur rechten Seite stehende Eintheilung gibt alsdann den Silbergehalt in Procenten an. Es erfordert Uebung, das möglichst runde Silberkorn mit Hülfe der Loupe richtig zu legen. Kupferhaltige Silberkörner pflegen nicht rund zu werden; um dies zu bewirken, muss man sie auf einer neuen Stelle der Capelle mit 1/4—1 Ctr. Bleiblech feintreiben. Auch kann noch eine Correction des gefundenen Silbergehaltes in Bezug auf den Capellenzug (S. 13) vorgenommen werden.

Das Messen ist bei nicht zu hohen Silbergehalten genauer als das Wägen, indem letzteres bei 100 Milligr. Einwage nur auf 0,1 Milligr., also auf Tausendtheile genau geschieht, während man beim gewöhnlichen Probiren 1 Probircentner ein- und bis auf 0,5 Pfdthl. auswiegt, also noch Zehntausendtheile bestimmt. Man kann vor dem Löthrohr mehr Silber, als auf gewöhnlichem Wege ausbringen.

Probirverfahren.

2) Silberhaltige Legirungen. a) Silberreiche Substanzen (Gediegen Silber, Blick-, Brand-, Raffinat-, Cement-, Amalgamirsilber, Silbermünzen) werden bei unbedeutendem Kupfergehalte mit 1 Ctr. Probirblei und 1/2 Löffelchen voll Boraxglas, kupferreichere mit 2—5 Ctr. Blei und 1/2 Löffelchen Boraxglas in einer Kohlengrube oder im Kohlentiegel mit der Reductionsflamme so lange behandelt, bis vollkommener Fluss eingetreten ist, das Blei in treibende Bewegung geräth und keine Bleikügelchen mehr in der Schlacke zu bemerken sind. Mit dem Werkbleikorn nimmt man je nach der Grösse entweder ein Haupttreiben oder gleich ein Feintreiben vor.

b) Silberarme Substanzen werden, wenn sie zum Abtreiben fähig sind (Werkblei, Frischblei, silberhaltiges Wismuth), in Quantitäten von 2—5 Ctr. gleich abgetrieben. — Kupfer- und nickelhaltige Substanzen (Schwarzkupfer, Gaarkupfer, Messing, Argentan, Kupfermünzen etc.) siedet man in Quantitäten von

$^1/_2$ Ctr. mit 10 Ctr. Probirblei und einem Löffelchen voll Boraxglas mit der Reductionsflamme im Sodapapiercylinder an und treibt das erhaltene Werkbleikorn, indem man nöthigenfalls beim Feintreiben noch etwas Blei zusetzt, ab. — Enthält die Substanz neben Kupfer noch Zinn (Glockenmetall, Kanonengut etc.), so siedet man 1 Ctr. mit 5—15 Ctr. Blei (je nach dem Kupfergehalt), 50 Milligrm. Soda und 50 Milligrm. Borax in der Reductionsflamme an, lässt zur Oxydation des Zinns die Oxydationsflamme einige Zeit aufs Blei wirken und behandelt das erstarrte Korn wohl noch auf Kohle mit etwas Boraxglas, bis das Blei eine blanke Oberfläche zeigt und zum Abtreiben fertig ist. — Aus silberhaltigen Quecksilberverbindungen (Silberamalgam, silberhaltigem Quecksilber) scheidet man durch Erhitzen im Glaskölbchen das Quecksilber ab und siedet den Rückstand von 1 Ctr. Probirgut je nach seinem Kupfergehalt mit 1—3 Ctr. Probirblei und Borax an. Haftet der Rückstand fest am Glase, so behandelt man ihn sammt dem abgeschnittenen Glase mit Blei und $^1/_2$ Löffelchen Soda. — Silberhaltiges Eisen oder Stahl wird durch Zusammenschmelzen von 1 Ctr. davon mit $^1/_2$ Ctr. Schwefelblumen, 8 Ctr. Probirblei und 1 Löffel Boraxglas im Sodapapiercylinder in Schwefeleisen verwandelt und dann bei wiederholtem Boraxzusatz so lange mit einer kräftigen Oxydationsflamme behandelt, bis aller Schwefel entfernt ist und das Werkblei eine blanke Oberfläche zeigt. Dann folgt ein Abtreiben wie gewöhnlich. — Von Verbindungen des Silbers mit Tellur, Antimon und Zink wird 1 Ctr. mit 5 Ctr. Blei und etwas Borax auf Kohle in der Reductionsflamme zusammengeschmolzen, dann das Bleikorn mit der Oxydationsflamme behandelt, wobei sich die Beimengungen entweder ganz oder theilweise verflüchtigen. Das gereinigte Werkblei wird sodann abgetrieben. Bei Tellursilber muss gewöhnlich das Haupttreiben mit jedesmal 5 Ctr. Blei mehrmals wiederholt werden.

III. Münz- oder Feinprobe.

n. Verfahren.

Zur möglichst genauen Bestimmung des Silbers in kupferhaltigem Silber (Münzen) oder Hütten-

silbern (Brand-, Blick-, Amalgamir-, Extractionssilber) oder auch in silberhaltigem Kupfer (Billonprobe, z. B. bei Scheidemünzen) wird das Probirgut mit einer dem vorhandenen Kupfergehalt entsprechenden Menge Probirblei gleich auf der Capelle abgetrieben, und zwar bedient man sich dazu behuf leichterer Regulirung der Temperatur eines kleineren Muffelofens (I, 127) oder Münzofens (Taf. I. Fig. 1, 2) als sonst, setzt nur 2—4 Proben auf einmal ein und wendet höchst sorgfältig zubereitete, namentlich mit sehr feiner Kläre überzogene Capellen an, deren Grösse sich nach der zu nehmenden Bleimenge, somit nach dem Feingehalt der Proben richtet. Dabei dürfen die Capellen wegen des heisseren Treibens nicht zu dünn sein, und sie werden am besten aus 2 Thln. Knochenmehl und 1 Thl. Aescher zusammengesetzt. Passende Dimensionen für viele Fälle sind: $1^{1}/_{16}$ Zoll oberer ganzer und $^{3}/_{4}$ Zoll lichter Durchmesser, $^{3}/_{4}$ Zoll unterer ganzer Durchmesser und $^{9}/_{16}$ Zoll Höhe; für grössere Capellen $^{9}/_{8}$ Zoll oberer ganzer, $^{7}/_{8}$ Zoll oberer lichter, $^{13}/_{16}$ Zoll unterer ganzer Durchmesser, $^{1}/_{2}$—$^{9}/_{16}$ Zoll Höhe und $^{1}/_{4}$ Zoll Vertiefung.

Da mit der Dauer des Abtreibens die Grösse des Silberverlustes durch Verflüchtigung und Capellenzug (S. 10) wächst, so darf man nur so viel Blei anwenden, als zur Entfernung des Kupfers, welches vom Bleioxyd oxydirt und mit demselben in die Capelle eingesogen wird, gerade nöthig ist und zwar erfahrungsmässig auf 1 Theil Kupfer etwa 16—17 Thle. Blei. Es muss deshalb durch eine Vorprobe zunächst der ungefähre Feingehalt ermittelt werden, worauf aus durch Versuche hervorgegangenen Tabellen ersehen wird, wie viel Blei bei dem gefundenen Silbergehalt zu nehmen.

Man bedient sich meist der nachfolgenden Tabelle von d'Arcet:

Silbergehalt in 1000 Thln.	1 Mark. Loth.	Grän.	Zu nehmende Bleimenge (fach).
1000	16	—	0,8
950	15	3,6	3
900	14	7,2	7
800	12	14,4	10
700	11	3,6	12
600	9	10,8	14
500	8	—	
400	6	7,2	
300	4	14,4	
200	3	3,6	16—17.
100	1	10,8	
10	—	2,88	
Kupfer.	—	—	

Man bestimmt den Feingehalt meist nach Tausendsteln, zuweilen aber auch noch nach Loth und Grän in 1 Mark à 16 Loth à 18 Grän.

Das erforderliche Probirgut verschafft man sich durch Aushauen von etwa 3 Gramm mittelst eines Hohlmeissels von 2 einander möglichst entgegengesetzten Stellen eines Barrens, meist von unten und oben (Unter- und Oberprobe, I, 109). Sicherere Resultate gewährt eine Granulirprobe (I, 114), weil die Legirungen nach dem Erstarren keine gleichmässige Zusammensetzung zeigen. Bei reichen Legirungen häuft sich in der Mitte mehr edles Metall an, als am Rande, bei silberarmen umgekehrt; bei Oberharzer Brandsilbern ist zuweilen die Oberprobe um mehrere Tausendtheile reicher als die Unterprobe, während sich ein Goldgehalt im Silber mehr nach unten zieht. Wegen dieses Verhaltens gestattet man in Münzen bei goldreichen Legirungen ein Remedium von $^{2}/_{1000}$, bei silberreichen von $^{3}/_{1000}$, z. B. bei den Legirungen von 1 Thl. Kupfer auf 9 Thle. Gold oder Silber, welche resp. zu Kronen und Thalern verprägt werden.

rproben. Man schätzt den Silbergehalt einer noch nicht näher gekannten Legirung wohl nach dem specifischen Gewichte derselben[1]), nach der beim schwachen Glühen entstehenden

[1]) Mulder, die Silber-Probirmethode. 1859. S. 302. Dingl. Bd. 108. S. 278.

mehr oder weniger grauen oder schwarzen Farbe[1]) oder mittelst des Probirsteines.[2]) Am sichersten treibt man aber gleich etwa $^1/_2$ Gramm der Legirung mit dem 16—17fachen Blei ab.

In Münzen[3]) ist der Silbergehalt gesetzlich festgestellt und bedarf es deshalb meist keiner Vorprobe derselben.

Hauptprob

Als Münzprobirgewicht nimmt man zweckmässig zur Einheit $^1/_2$ Gramm, theilt dieses in 1000 Theile und wiegt bis auf ganze Tausendtheile aus. Auch dient wohl 1 Gramm als Einheit. Es werden jedesmal 2 Proben, jede zu 500 Thl., genau eingewogen, nach dem Abtreiben die beiden Körner auf der Wage verglichen und wenn sie stimmen, gemeinschaftlich ausgewogen, so dass man den Gehalt in 1000 Theilen erfährt. Bei Proben von verschiedenen Stellen eines Barrens können die Körner um einige Tausendtheile differiren. Die Wage muss noch $^1/_{10}$ Milligramm angeben. Bei Proben, welche einen nahe gleichen Bleizusatz erfordern, kann man mehrere Capellen einsetzen.

Das Probirgut wird, insofern es nicht in feinen Grana-

---

1) Hartmann's Probirkunst nach Chaudet. 1838. S. 59.

2) Ibid. S. 140. — Mulder c. l. S. 302.

3) Nach dem Münzvertrag vom 24. Januar 1857 zwischen Oesterreich, Preussen und 27 deutschen Staaten werden aus 1 Zollpfund (500 Gramm) Feinsilber geprägt: 30 Thaler, 45 öster. und $52^1/_2$ süddeutsche Gulden mit einem Feingehalt (Korn) von $^{900}/_{1000}$, dessen Abweichungen höchstens $^3/_{1000}$ betragen dürfen. Es wiegen danach 27 Thlr. = 1 Pfd. bei $1^1/_4$ Zoll rhl. Durchmesser und dürfen die Einthalerstücke um $^4/_{1000}$, die Zweithalerstücke um $^3/_{1000}$ mehr oder weniger, als das Normalgewicht (Schrot) wiegen. Sechstel-Thaler- und Viertel-Oester.-Guldenstücke enthalten $^{520}/_{1000}$ Silber behuf geringerer Abnutzung. — Bei Scheidemünzen sind 1 Pfd. Feinsilber enthalten in $34^1/_2$ Thlr. oder $51^3/_4$ öster. oder $60^3/_8$ süddeutschen Gulden. $2^1/_2$ Sgr. oder Ngr. enthalten $^{375}/_{1000}$, die 1 und $^1/_2$ Sgr. nur $^{220}/_{1000}$ Silber; das Uebrige ist Kupfer, damit die Stücke nicht zu klein ausfallen. Bei Kupfermünzen darf aus 1 Ctr. Kupfer ein Nennwerth von 112 Thlr. oder 168 öster. oder 196 südd. Gulden geschlagen werden.

Die Franken enthalten $^{900}/_{1000}$, die englischen $^1/_2$—5 Schillingsstücke $^{925}/_{1000}$. (Siehe in Nelkenbrecher der Jüngere. 8. Aufl. 1868. den Feingehalt der Münzen aller Länder.)

lien vorhanden ist, mit dem Hammer ausgeplattet, mit der Scheere zerschnitten und nach dem Einwägen in ein möglichst kleines Skarnitzel von feinem Briefpapier gethan; die nach der obigen Tabelle (S. 32) zu normirende Menge möglichst silberfreien Bleies wendet man als ein Stück, von einer Bleistange abgeschnitten und gewogen oder gleich in Formen von bestimmter Schwere gegossen, an.

Sind die in der Mitte der stark geheizten Muffel neben einander gestellten beiden Capellen gehörig abgeäthmet, so thut man zunächst das Blei ein, lässt dasselbe bei geschlossener Muffelmündung antreiben, setzt dann die Legirung auf, lässt abermals bei geschlossener Mündung rasch antreiben, zieht, wenn dies geschehen, zur Herabstimmung der Temperatur die Proben bis nahe zur Muffelmündung, legt in diese eine niedrige Kohle, schliesst die Luftzüge mehr oder weniger und kühlt die Proben anfangs mit dem Kühleisen. Zuweilen geschieht die Leitung der Temperatur, ohne dass man die Proben vorzieht, nur mittelst der Schieber vor den Zugöffnungen. Die Temperatur ist die richtige, wenn bei lebhaft wirbelndem Rauche sich am Rande des Metalles ein kleiner dunklerer Glättrand erhält; ein Verschwinden oder zu starkes Anwachsen desselben deutet resp. auf zu hohe und zu niedrige Temperatur. Mit fortschreitendem Treiben unterlässt man das Kühlen mit dem Eisen, schiebt die Proben allmälig zurück und öffnet vorsichtig die Züge, damit der Glätterand verschwindet und die Probe hinreichend heiss völlig abblickt, was geschehen ist, wenn das Korn, rund und glänzend, sich von der Capelle leicht löst und unterwärts die reine Silberfarbe ohne anhaftende Glättespuren oder Blei zeigt, auch die Capelle am Boden völlig trocken ist und nicht von erstarrter Glätte glänzt. Damit die Proben nicht spratzen, werden sie vorsichtig durch Vorziehen abgekühlt, dann herausgenommen, ausgestochen, abgebürstet und wie oben angegeben verwogen, nöthigenfalls der Capellenzug (S. 12) dabei berücksichtigt. Der Silberverlust, je nach der Temperatur beim Treiben, nach der Beschaffenheit der Capelle etc. variabel, beträgt bei höheren Silbergehalten gegen die später zu erwähnende GAY-LUSSAC'sche Probe bis $^{4}/_{1000}$ und mehr von dem wirklichen Silbergehalt; das

Silberkorn kann etwa $^{2}/_{1000}$ Blei enthalten. Man hat z. B. nachstehende Differenzen zwischen dem nach dem trocknen und nassen Wege ermittelten Silbergehalt gefunden:

Bei	1000—950	Silbergehalt	= $3^{1}/_{2}$	Tausendth.	Differenz
„	949—850	„	= 4	„	„
„	849—750	„	= 5	„	„
„	749—600	„	= 6	„	„
„	599—500	„	= 5	„	„
„	499—400	„	= 4	„	„
„	399—200	„	= 3	„	„
„	199—100	„	= 2	„	„
„	99—0	„	= 1	„	„

B. GAY-LUSSAC's Silberprobe auf nassem Wege.

Geschichtliches.

Diese statt der Feinprobe auf trocknem Wege von GAY-LUSSAC[1]) im Jahre 1830 in der Pariser Münze eingeführte volumetrische Probe gibt wie eben angeführt genauere Resultate, als erstere. Für den Werth dieser Probe spricht der Umstand, dass sie zur Zeit im Wesentlichen noch ebenso in den Münzwerkstätten ausgeführt wird, wie sie von GAY-LUSSAC vorgeschlagen ist. Erst in neuester Zeit hat MULDER[2]) bisher nicht gekannte theoretische Erläuterungen zu dieser Probe gegeben und die Mittel kennen gelehrt, die Grenze ihrer Genauigkeit bis auf $^{1}/_{20000}$ zu bringen.

Verfahren.

Die Probe wird in den meisten Münzwerkstätten im Wesentlichen auf nachstehende Weise ausgeführt:

Man bereitet zunächst am besten bei 15° C. eine Normal-Kochsalzlösung, von welcher 100 C. C. bei einer gewissen Temperatur genau 1000 Milligr. chemisch reines Silber als Chlorsilber ausfällen, dann eine zehnfach verdünnte Kochsalzlösung (Zehntkochsalzlösung), von welcher dann 1000 C. C. 1000 Milligr. Silber fällen, also 1 C. C.

1) Vollständ. Unterricht über das Verfahren von GAY-LUSSAC, Silber auf nassem Wege zu probiren, bearbeitet von LIEBIG. Braunschweig 1833. — LIEBIG und POGGEND., Handwörterbuch der Chemie. Bd. VII, S. 911. 1859.

2) Die Silberprobirmethode, chemisch untersucht von MULDER, übersetzt von GRIMM. Leipzig 1859. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 275.

Lösung 1 Milligr. Silber entspricht; endlich eine **Zehntsilberlösung**, von welcher 1 C. C. eine 1 Milligr. Silber äquivalente Kochsalzmenge (0,54 Milligr. Kochsalz) gerade zerlegt.

Man bestimmt zunächst durch eine Vorprobe auf trocknem Wege oder durch eine volumetrische Probe den ungefähren Silbergehalt (bis auf 5 — 6 Tausendth. genau) und wiegt dann auf einer sehr feinen Wage[1]) so viel von der zu untersuchenden Legirung ab, dass darin nahe 1 Gramm (etwa 2—3 Milligr. mehr, worüber später das Nähere) reines Silber enthalten ist.

Ergab z. B. die Vorprobe einen Silbergehalt von 997 Tausendtheilen, so wiegt man 1005 Tausendth. (Milligramm) ab. (997 : 1000 = 1000 : x = 1003, dazu 2 Tausendtheile mehr, also 1005). Gay-Lussac theilt Tabellen mit, aus denen die abzuwägende Probemenge zu ersehen ist, wenn man durch die Vorprobe deren ungefähren Gehalt ermittelt hat.

Das Probirgut wird in einem gut gekühlten numerirten etwa 10 Centim. hohen und $5^1/_2$ Centim. weiten Glase — mit einem numerirten in eine Kugel auslaufenden Stöpsel — in etwa 10 C. C. chemisch reiner Salpetersäure von 30° R. bei der Temperatur des siedenden Wassers aufgelöst, mittelst eines kleinen Blasbalges die salpetrige Säure ausgetrieben und in die möglichst bis zur Normaltemperatur (15 — 17°) abgekühlte Lösung aus einer Pipette 100 C. C. der Normalkochsalzlösung gethan, wodurch das Silber (bis auf 1 — 2 Tausendtheile bei obiger Abwage) als Chlorsilber ausgefällt wird. Durch kräftiges Schütteln in einem besondern Apparat oder meist mit der Hand geht das Chlorsilber zu Boden und die darüber stehende Flüssigkeit muss ganz klar werden. Dann fügt man mittelst einer Pipette 1 C. C. Zehntkochsalzlösung hinzu, schüttelt, wenn ein Niederschlag kommt, wieder klar und wiederholt dieses jedesmal mit Zusatz von 1 C. C. Zehntkochsalzlösung so oft (höchstens 5 — 6mal), bis der

1) Deleuil's Silberprobirwage. Dingl. Bd. 148. S. 111. — Mulder's Wage ist bei Belastung jeder Schaale mit 1 Gramm für mehr als $^1/_{20000}$ Gramm empfindlich. Es genügt aber für die Praxis eine gute Kornwage, welche noch 0,1 Milligramm angibt.

letzte Zusatz keinen Niederschlag mehr gibt. Man bringt dann den letzten C. C. gar nicht mehr und den vorhergehenden nur halb in Rechnung. Hat man z. B. 4 C. C. zusetzen müssen, bis kein Niederschlag mehr entstand, so kommen nur 2½ C. C. in Anrechnung wie folgt. Der Silbergehalt der eingewogenen 1005 Taus. Legirung wurde ausgefällt durch 100 C. C. Normalkochsalzlösung (= 1000 C. C. Zehntkochsalzlösung) + 2½ C. C. Zehntkochsalzlösung. Da nun 100 C. C. von ersterer, = 1000 C. C. Zehntkochsalzlösung, 1000 reinem Silber entsprechen und sich die Silbermengen verhalten, wie die verbrauchten Kochsalzmengen, so hat man:

1000 Ag: 1000 Na Cl. = x : 1002,5 oder = 1002, 5 Ag in 1005 Legirung oder in 1000 von letzterer 997,5 Feinsilber.

Die oben erwähnten GAY-LUSSAC'schen Tabellen gestatten auch ein sofortiges Auffinden des Feingehaltes aus der Anzahl der zugesetzten Tausendtheile.

Correction gen der T peratur.

Der gefundene Werth bedarf nun noch einer Correction wegen der Temperatur, welche die Normallösung zur Zeit des Versuches besitzt und mittelst eines im Messapparate angebrachten Thermometers beobachtet wird. Aus Tabellen ersieht man dann, wie viel Tausendtheile man zu obigem Werthe hinzufügen oder davon abziehen muss. Die GAY-LUSSAC'sche Tabelle hat sich nicht ganz richtig erwiesen und verdient die nachstehende MULDER'sche den Vorzug, welche sich auf eine bei 15° C. titrirte Normalkochsalzlösung bezieht.

Temperatur-Correctionstabelle in Tausendsteln.

5°	+ 0,55	15°	0
6	+ 0,5	16	— 0,125
7	+ 0,5	17	— 0,25
8	+ 0,45	18	— 0,4
9	+ 0,45	19	— 0,55
10	+ 0,4	20	— 0,7
11	+ 0,4	21	— 0,9
12	+ 0,3	22	— 1,1
13	+ 0,25	23	— 1,3
14	+ 0,125	24	— 1,525
15	+ 0	25	— 1,75

War z. B. die Temperatur der bei 15⁰ C. ursprünglich bereiteten Normalkochsalzlösung während des Versuches 18⁰ C., so sind von obigen 997,5 Taus. noch 0,4 Taus. abzuziehen = 997,1.

ıg der :ion.

Um nun den Fehler zu vermeiden, welcher dadurch entstehen könnte, dass in der Nähe des neutralen Punctes (siehe umstehende Anmerkung) Silber und Kochsalz neben einander bestehen, ohne sich zu fällen, so muss man die Proben entweder immer mit Zehntkochsalzlösung oder immer mit Zehntsilberlösung beendigen, am zweckmässigsten mit ersterer. Da man dann aber, um 1 Gramm Ag vollständig zu fällen, mehr als die äquivalente Menge Kochsalz braucht und dadurch den Gehalt zu hoch finden würde, so bedient man sich einer Controlprobe mit chemisch reinem Silber, welche unter gleichen Umständen, wie die Hauptprobe ausgeführt wird und deshalb sowohl den obigen Fehler, welcher durch Löslichkeit des Ag Cl in der Nähe des neutralen Punctes in $\dot{Na}\,\overset{\cdot\cdot\cdot\cdot\cdot}{N}$ entsteht, eliminirt, als auch Differenzen in der Temperatur der Normallösung und der Temperatur der Probeflasche unschädlich macht, so dass es einer besonderen Correction des Resultates wegen der Temperatur der Normallösung nach der obigen MULDER'schen Tabelle dann nicht mehr bedarf. Die Controlprobe wird immer mit Zehntel-C. C. der Zehntkochsalzlösung beendigt, während dies bei der Hauptprobe mit ganzen C. C. geschieht. Man muss deshalb bei ersterer, wenn bei zufällig sehr niedriger Temperatur der Normallösung die eingewogenen 1000 Milligr. chemisch reinen Silbers durch die zugesetzten 100 C. C. Normalkochsalzlösung völlig ausgefällt wurden und Kochsalz im Ueberschuss blieb, so dass Zehntsilberlösung zugethan werden müsste, einige Zehntel C. C. Zehntsilberlösung hinzufügen, um dann mit Zehntel C. C. Zehntkochsalzlösung endigen zu können.

Gesetzt, Gehalt und Temperatur der Normallösung, sowie die Temperatur der Probeflasche wären derart, dass die Controlprobe (1 Gramm chem. reines Ag) 100 C. C. Normalkochsalzlösung und 0,3 C. C. Zehntkochsalzlösung zum vollständigen Ausfällen erfordert und der Gehalt einer zu

1005 Milligr. eingewogenen Legirung ein solcher, dass man unter gleichen Umständen 100 C. C. Normallösung und 3,5 C. C. Zehntkochsalzlösung gebraucht, so verhalten sich die Silbermengen, wie die verbrauchten C. C. Kochsalzlösung, also:

Silbermenge der Controlprobe.		Silbermenge der Legirung.		Kochsalz z. Controlpr.		Kochsalz z. Legirung.
1000	:	x	=	1000,3	:	1003,5

also x = 1003,2 Ag sind in 1005 Legirung enthalten, also in 1000 von letzterer 998,2 Feinsilber.

Alle Fehler, welche wegen Temperatur und Löslichkeit des Ag Cl in $\dot{\mathrm{N}}\mathrm{a}\ \ddot{\mathrm{N}}$ entstehen, sind hierbei eliminirt.

Manche Probirer vermeiden die Anwendung von Zehntsilberlösung ganz und wägen, wenn solche erforderlich, lieber eine neue Probe in solcher Menge ab, dass demnächst Zehntkochsalzlösung zugesetzt werden muss.[1]) Das gefällte Chlor-

---

1) Wie Mulder gezeigt hat, wird bei Anwendung von Zehntsilberlösung dadurch ein Fehler begangen, dass $\dot{\mathrm{A}}\mathrm{g}\ \ddot{\mathrm{N}}$ und Na Cl in der Nähe des **neutralen Punctes** neben einander in Lösung bestehen oder was dasselbe ist, Ag Cl in $\dot{\mathrm{N}}\mathrm{a}\ \ddot{\mathrm{N}}$ aufgelöst bleibt. Um 1 Gramm Silber auszufällen, braucht man mehr als die äquivalente Menge Kochsalz. Nimmt man nur diese, so wird weder alles Ag, noch alles Na Cl gefällt, sondern es bleiben bei 15° C. etwa 0,5 Taus. Silber in Lösung. In der jetzt durch Schütteln geklärten Flüssigkeit gibt sowohl Ag, als Na Cl einen Niederschlag. Um 1000 Milligr. Ag bei 15° C. auszufällen, braucht man 1000,5 C. C. einer Kochsalzlösung, deren Titre man durch Lösen von 0,4517 Gramm Kochsalz in 1 Liter hergestellt hat. Ist also gerade alles Ag ausgefällt, so hat man in Bezug aufs Aequivalent zu viel Na Cl genommen und zugesetzte Silberlösung gibt einen Niederschlag. Um nun aber alles Na Cl auszufällen, braucht man auch wieder mehr als die gleiche Menge Silberlösung, nemlich gerade die doppelte (1 C. C. Zehntlösung). Will man daher in der Praxis Fehler vermeiden, so muss man den Versuch immer auf dieselbe Art beendigen, d. h. entweder immer mit Zehntsilber- oder immer mit Zehntkochsalzlösung. In letzterem Falle wird die Flüssigkeit leichter klar. Man braucht dann bei der Controlprobe mit reinem Silber eben so viel Kochsalzlösung zu viel, als bei den eigentlichen Versuchsproben, und der Fehler wird eliminirt.

Wenn man bei der Control- und Hauptprobe immer mit derselben Flüssigkeit endigt, so kann man also ohne Fehler Zehntsilberlösung

silber ist möglichst gegen die Einwirkung des Lichtes zu schützen, welches letztere aus ersterem Chlor frei macht, so dass dann bei Anwendung von Zehntsilberlösung falsche Resultate erhalten werden können.

parat. Der Silberfällapparat[1]) wird meist noch von der Einrichtung, wie sie GAY-LUSSAC angegeben, in folgender Weise angewandt: In der mit einer lose übergestülpten Kapsel *a* (Taf. I. Fig. 3) — zur Abhaltung von Staub etc. — versehenen Flasche *A* von etwa 40—45 Cent. Höhe und 25—26 Cent. Weite befindet sich die Normalkochsalzlösung behuf Füllung der bis zur Marke *b* 100 C. C. enthaltenden Bürette *B*. Beim Operiren schliesst man mit dem Finger deren Oeffnung bei *k*, öffnet die in silbernen Röhrenstücken befindlichen Hähne *c*, *d* und *e*, von denen letzterer die Luft entlässt, und lässt die mittelst eines an der Wand befestigten Stativs *C* gehaltene Bürette *B* bis etwas über die Marke *b* voll laufen. Dann schliesst man die Hähne *d* und *e*, nimmt unten den Finger bei *k* weg, wo dann keine Flüssigkeit auslaufen kann, und lässt durch vorsichtiges Umdrehen der eine nach Innen führende Ventil-Oeffnung verschliessenden Schraube *f* langsam Luft zu, bis der Flüssigkeitsspiegel genau bis zur Marke *b* gesunken ist, wobei die Spitze *k* an einem porösen Wischer *w* anliegt. Sobald der bezeichnete Moment eingetreten ist, dreht man die Schraube *f* zu, schiebt das in einem Blechgehäuse *g* befindliche Glas *h* mit der Silberlösung unter *k*, entlässt durch Oeffnen des Hahnes *d* die 100 C. C. Normallösung aus *B* in einem Strahl in das Glas *g* und zieht sofort nach dem Aufhören des Strahls, ohne dass das Herabfallen eines noch anhängenden Tropfens abgewartet wird, das Gehäuse *g* unter *k* weg. Nach aufgesetztem Stöpsel wird der Inhalt des Glases so lange kräftig geschüttelt, bis die Flüssigkeit vollständig klar geworden, und dann in der oben angegebenen Weise mittelst einer Röhrenpipette von etwa 10 Zoll Länge und $^1/_4$ Zoll Durchm. jedesmal 1 C. C.

benutzen. MULDER bemerkt ausdrücklich, dass er ohne Anwendung einer solchen die obigen Thatsachen gar nicht hätte ermitteln können.

1) Der Apparat im Clausthaler metallurgischen Laboratorium ist vom Mechanikus KULLE zu Clausthal in sehr empfehlungswerther Weise angefertigt.

Zehntkochsalzlösung so oft nach vorherigem Klarschütteln hinzugefügt, als noch ein Niederschlag erfolgt. Mittelst des Thermometers in der Glasröhre *i* erfährt man die Temperatur der Kochsalzlösung behuf etwaiger Vornahme der dieserhalb erforderlichen Correctur (S. 37), wenn keine Controlprobe gemacht worden.

Die neuerdings von MOHR[1]), MULDER (c. l.), LILL v. LILIENBACH[2]), ZIPPE[3]) u. A. vorgeschlagenen Modificationen des beschriebenen Apparates haben theils die Ersetzung der theueren Silberröhren durch Glasröhren und der Silberhähne *c* und *d* (Fig. 3) durch Kautschukquetschhähne zum Zweck, theils sollen sie, wie der von LILL empfohlene, andere Mängel — öfteres Schadhaftwerden der Auskittung der metallnen Abflussröhren, das erforderliche Einschmieren der Hähne mit Fett, wodurch die Kochsalzlösung leicht verunreinigt wird etc. — verhüten. Ein gut construirter GAY-LUSSAC'scher Apparat entspricht aber seinem Zweck vollständig und entlässt die Flüssigkeit mit mehr Sicherheit als ein solcher mit nur Kautschukquetschhähnen. Letztere sind nicht so rasch zum Schluss zu bringen, als die silbernen. Auch lässt die Gestalt der GAY-LUSSAC'schen Bürette *B* ein eben so richtiges Auslaufen zu, als die am Wiener Apparat befindliche stumpfere Spitze der Bürette (Fig. 5), während das statt der Lufthähne angebrachte Kegelventil sich wohl bewährt hat. Statt des GAY-LUSSAC'schen Standgefässes *A* mit Tubulus *m* am Boden lässt sich einfacher eine gewöhnliche Flasche mit einem Kautschukpfropfen anwenden, in welchem einmal das Wasserventil *a* (Taf. I. Fig. 4), dann eine heberförmige Röhre *n* sich befindet, welche mit der das Thermometer enthaltenden Röhre *i* durch eine Kautschukröhre verbunden worden. Fig. 4 zeigt eine solche Einrichtung, bei welcher auch der Hahn *d* ein Kautschukquetschhahn ist. Die übrigen Buchstaben haben dieselbe Bedeutung, wie in Fig. 3.

---

[1]) MOHR, Titrirmethode. 1862. S. 339.

[2]) RITTINGER's Erfahr. Jahrg. 1860. S. 37. B. u. h. Ztg. 1862. S. 56. Der hier beschriebene, von den Mechanikern KLEINOD und ZIMMERMANN in Wien zu beziehende Apparat kostet nur 43 fl.

[3]) Oest. Ztg. 1859 No. 28. — B. u. h. Ztg. 1860. S. 10.

Genauigkeit der Probe.

Die Genauigkeit, mit welcher man experimentiren kann, hängt ab: von der Empfindlichkeit der Wage (S. 36), von den beim Entleeren der Pipette gemachten Fehlern und von der Schärfe, mit welcher man den letzten Niederschlag zu erkennen vermag. Nach MULDER lässt sich ein Niederschlag von Chlorsilber bis zu $^{1}/_{500000}$ von 1 Grm. Silber erkennen. Wie oben bemerkt, setzt man aus der Pipette gewöhnlich in den Münzwerkstätten nur ganze C. C. Zehntkochsalz- oder Silberlösung zu; man arbeitet genauer, wenn man nur halbe C. C. auslaufen lässt und am genauesten bei Anwendung des MULDER'schen Tropfapparates, welcher bei vorsichtiger Behandlung eine Ungenauigkeit von nur $^{1}/_{25000}$ seines Inhaltes gibt.

Die äussersten Grenzen der Genauigkeit bei Beobachtung aller Vorsichtsmassregeln bewegen sich etwa um $^{1}/_{20000}$. Man ist jedoch gewöhnlich mit einer Genauigkeit von Tausendsteln zufrieden.

DEBRAY[1] empfiehlt behuf Untersuchung von Gegenständen von sehr abweichendem Silbergehalt die Kochsalzlösung auf einer besonders construirten Wage abzuwägen.

Die zu probirende silberhaltige Legirung kann ausser Kupfer noch Blei, Wismuth, Antimon, Zinn, Quecksilber, Gold und Platin enthalten.

Bei Anwesenheit von Blei und Zinn löst man in Schwefelsäure, wo dann die entstandenen schwefelsauren Salze vom Kochsalz nicht zerlegt werden; die Flüssigkeit klärt sich aber immer schwerer als sonst beim Schütteln. Geringe Mengen Blei erfordern diese Vorsichtsmassregel nicht.

Wismuth und Antimon bedingen einen Zusatz von Weinsäure zur salpetersauren Lösung.

Platin schadet nicht, indem sich neben dem Silber ein Theil desselben mit auflöst.

Gold in grösserer Menge, als $^{1}/_{6}$ vorhanden, erfordert ein vorheriges Zusammenschmelzen der Legirung mit hinreichend Silber, damit ersteres beim Auflösen kein Silber zurückhält (siehe Goldprobe). Das zugesetzte Silber muss wieder in Abzug gebracht werden.

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 374.

Quecksilber ist von allen anderen Metallen für die vollkommene Ausfällung des Silbers in merklicher Weise fast nur allein hinderlich und verlangt einen Zusatz von essigsaurem Natron und Essigsäure, indem Chlorsilber in essigsaurem Quecksilberoxyd unlöslich ist.

Sonstige Silberproben auf nassem Wege, zum Theil Modificationen der GAY-LUSSAC'schen, sind von SCHOFFKA[1]), PISANI[2]), MASCAZZINI[3]) u. A. angegeben, ohne Vorzüge vor dieser zu haben.

Prozesse zur Silbergewinnung.

§. 3. **Silbergewinnungsmethoden.** Bei der Mannigfaltigkeit des Verkommens des Silbers in den Erzen bedarfs gewöhnlich complicirterer Prozesse[4]) zu seiner Ausziehung, welche sich im Wesentlichen auf die nachstehenden zurückführen lassen:

Verbleiung.

A. **Silbergewinnung auf trocknem Wege mittelst Bleies.** Man erzeugt durch Umrühren der silberhaltigen Substanz mit metallischem Blei oder durch Zusammenschmelzen derselben mit Blei, bleiischen Producten vom Abtreiben oder bleihaltigen Erzen, insofern die Substanz nicht schon eine hinreichende Menge Blei enthält, silberhaltiges Blei, **Werkblei**, welches zur Abscheidung des Silbers entweder sofort abgetrieben oder bei geringem Silbergehalt zuvor nach PATTINSON's **Methode durch Krystallisation** angereichert wird. Das beim Abtreiben erfolgende **Blicksilber** muss noch durch **Feinbrennen** oder **Feinschmelzen** raffinirt werden. Je nach dem grössern oder geringeren Silbergehalt, nach den Materialpreisen etc. geschieht die Entsilberung entweder sogleich mit den Erzen oder mit Zwischenproducten (Lechen, Schwarzkupfer etc.), in welchen man den Silbergehalt hinreichend concentrirt hat.

Die hierher gehörigen Prozesse, zum Theil sehr alt und einer allgemeinen Anwendung für jedwede Art von silberhaltigen Substanzen fähig, gehören hinsichtlich der Reinheit

1) Polyt. Centr. 1855. S. 1272.
2) B. u. h. Ztg. 1857. S. 121.
3) Polyt. Centr. 1857. S. 536.
4) KARSTEN, über den jetzigen Zustand der Verfahrungsmethoden zur Darstellung des Silbers aus seinen Erzen. KARST. Arch. 2 R. XXV, 174. B. u. h. Ztg. 1852. S. 73, 815.

der ausgebrachten Metalle, des Metallausbringens und der dazu erforderlichen Zeit, sowie des Materialaufwandes wegen Complicirtheit der Operationen meist zu den unvollkommensten, indem dabei mehr oder weniger silberhaltige Zwischenproducte fallen, deren weitere Behandlung mit einem bedeutenden Aufwand an Zeit und Brennmaterial bei grossen Metallverlusten verbunden ist, ohne dass ein eigentlicher Abschluss in die Arbeiten kommt.

Es sind deshalb manche der hierher gehörigen Methoden in neuerer Zeit durch vollkommenere auf nassem Wege ersetzt. Auf die Auswahl der hierher gehörigen Prozesse sind besonders die Beschaffenheit der Erze und örtliche Verhältnisse von Einfluss, z. B. wohlfeile Bleierze oder gänzlicher Mangel daran. Für goldhaltige Silbererze und Producte z. B. ist das Blei ein ausgezeichnetes Extractionsmittel, weil durch dasselbe gleichzeitig Silber und Gold ausgezogen werden, während durch andere Mittel letzteres Metall gewöhnlich nur sehr unvollkommen gleichzeitig gewonnen werden kann. Erst in neuester Zeit haben PATERA und ROESSNER in mit Chlorgas gesättigter Kochsalzlösung ein gemeinschaftliches Extractionsmittel für Gold und Silber auf nassem Wege entdeckt. Man unterwirft der Verbleibung z. B.:

Bleierze. 1) Silberhaltige Bleiglanze, aus welchen der grösste Theil des alljährlich überhaupt gewonnenen Silbers erfolgt. Die hierher gehörigen, beim Blei (Bd. II.) abgehandelten Prozesse sind die ältesten [1]) und zum Theil einfachsten, welche durch andere nur höchst selten mit Vortheil haben ersetzt werden können, z. B. bei Mangel an Brennmaterial durch die Amalgamation [Nicaragua] [2]). Je weniger Kupfer die Erze enthalten, um so leichter und vollkommner lässt sich das Silber ausziehen.

Dürrerze. 2) Silberdürrerze, Gemenge von eigentlichen Silbererzen (S. 1) mit erdigen, geschwefelten etc. Substanzen (erdige, kiesige, blendige, kupferhaltige Dürrerze).

Reiche, erdige Dürrerze werden wohl, wenn sie hauptsächlich gediegen Silber enthalten, in Tiegeln mit bleiischen Producten verschmolzen (früher zu Kongsberg)

1) Muthmassliche Silberscheidungsmethode der Alten: Bgwfd. XII, 590.
2) B. u. h. Ztg. 1862. S. 268.

oder gleich bei Zusatz von Glätte feingebrannt (jetzt zu Kongsberg), und, wenn sie aus andern Erzen mit 50—90% Silber bestehen, zweckmässig beim Abtreiben des Werkbleies zugesetzt oder eingetränkt (Andreasberg). Mittelreiche erdige Dürrerze mit 1—50% Silber können mit bleiischen Erzen oder Producten verschmolzen werden (Andreasberg, Freiberg). Mit Vortheil ist für solche Erze PATERA's Entsilberungsprozess auf nassem Wege zur Anwendung gekommen (zu Joachimsthal für Erze mit 0,4 Münzpfd. bis zum höchsten Gehalt im Centner).

Arme erdige Dürrerze mit $^1/_4$—$^1/_2$ Lth. Silber im Centner werden zur Concentration des Silbergehaltes in einem Stein (Rohstein) zunächst mit Schwefelkies zusammengeschmolzen (Roharbeit) und der Stein alsdann mittelst Eintränkens in metallisches Blei (Kongsberg, Altai) oder durch Zusammenschmelzen mit bleiischen Substanzen entsilbert. Dies geschieht um so vollständiger, je weniger Kupfer der Rohstein enthält. Für solche Leche wendet man auch wohl die ZIERVOGEL'sche Extraction (Schemnitz) oder die Amalgamation, sowie letztere auch direct für etwas reichere Dürrerze mit 4—16 Loth Silbergehalt bei Zuschlag von Schwefelkies an (Arany-Idka, früher in Freiberg).

Kiesige Dürrerze, welche Silbererz in Schwefelkies fein eingesprengt enthalten, werden bei grösserem Silbergehalt geröstet und verbleit, sind sie aber silberarm, entweder bei der Roharbeit armer erdiger Dürrerze zugeschlagen oder im mehr oder weniger gerösteten Zustande einer Roharbeit und dann erst der erfolgende Stein der Verbleiung unterworfen. Bei einem mittleren Silbergehalte geben solche Erze das geeignetste Material für die Amalgamation (Arany-Idka), insofern nicht schädliche Substanzen (Arsen- und Antimonverbindungen, Zinkblende, Bleiglanz etc.) in grösserer Menge auftreten.

Kupfererze.

3) Silberhaltige Kupfererze. Je nach dem Silber- und Kupfergehalt wird ein abweichendes Verfahren eingeschlagen.

a) Silberreichere Kupfererze werden im gerösteten oder ungerösteten Zustande mit gerösteten oder ungerösteten Bleiglanzen, bleiischen Producten etc. auf Werkblei und Kupfer-

stein verschmolzen, welch letzterer geröstet oder ungeröstet durch wiederholte Verbleiung entsilbert wird (**Müsen**, **Freiberg**, **Andreasberg**).

b) Silberärmere Erze verschmilzt man auf einen Lech, und ist dieser hinreichend silberhaltig, so wird er wiederholt verbleit, wenn nicht, so concentrirt man den Silbergehalt noch weiter im Schwarzkupfer und entsilbert dieses durch Blei (Saigerung).

An die Stelle dieser Methoden, namentlich der letzteren, sind mit Vortheil Prozesse auf nassem Wege getreten, z. B. die Amalgamation der Leche (früher in **Mansfeld**) und der Schwarzkupfer (früher zu **Tajowa**, **Schmöllnitz**, **Banat**), die AUGUSTIN'sche Silberextraction mit Lechen (**Ungarn**) und mit Schwarzkupfer (**Tajowa**), die ZIERVOGEL'sche Silberextraction mit Lechen (**Mansfeld**) und namentlich bei bleiischen Kupferlechen die Extraction der concentrirten geröstete Leche (**Freiberg**) oder der Schwarzkupfer mit verdünnter Schwefelsäure (**Okerhütte** am Unterharze, **Altenauer Hütte** am Oberharze, **Fahlun**).

Nach KARSTEN lassen sich arme kupfer- und silberhaltige Erze mit 1 Lth. Silber in 100 Pfd. Erz oder mit 0,031% Silber unter besonders günstigen Umständen (z. B. bei geringen Grubenkosten, in Verbindung mit anderen reicheren Erzen etc.) nur noch mit Vortheil auf Silber verarbeiten. Bei einem gleichzeitig nutzbaren Kupfer- oder Bleigehalt der Erze lässt sich das Silber oft noch mit Vortheil ausziehen, selbst wenn dessen Gehalt unter resp. $^1/_3$ und $^1/_5$ Lth. im Centner sinkt.

Zinkblende u. Arsenkies.

4) **Silberhaltige Zinkblende** und **Arsenkies** kommen selten zur Verhüttung, und dann am besten nach vorheriger Abröstung erst zur Roharbeit, hierauf zur Verbleiung. Beim Rösten, namentlich der Zinkblende, können bedeutende Silberverluste entstehen (I, 90, 93). Die Extraction der Blende auf nassem Wege ist mit günstigerem Erfolge in England (S. 5) versucht worden, als zu **Przibram**[1]).

Silberhaltiges Arsen (Scherbenkobalt) kommt nach vorsichtiger Abröstung, wobei arsenige Säure als Nebenproduct erhalten wird, zur Verbleiung (St. **Andreasberg**).

1) NEUMANN's Extraction. 1863. S. 107. B. u. h. Ztg. 1864. S. 104. Leoben. Jahrb. 1857. VII, 236.

5) Silberhaltige Nickel- und Kobalterze werden direct verbleibt (versuchsweise zu Freiberg[1]) oder zuvor auf Speise verschmolzen. Letztere wird auch mit Vortheil der Amalgamation und zuweilen der Extraction unterworfen, silberreichere Erze der PATERA'schen Methode auf nassem Wege, wobei neben Silber Nickel und Kobalt gewonnen werden (Joachimsthal).

Nickel- und Kobalterze.

B) Silbergewinnung auf nassem Wege. Die hierher gehörigen Methoden gestatten im Allgemeinen ein rascheres und vollkommneres Silberausbringen unter Ersparung von Materialkosten, namentlich für Brennmaterial, erfordern aber meist Erze und Producte von bestimmten Eigenschaften, wodurch ihre Anwendbarkeit sehr beschränkt wird. Es gehören hierher hauptsächlich nachstehende Methoden:

Hydrometallurgische Entsilberung.

1) Die Amalgamation, die Ausziehung des Silbers durch Quecksilber, in Verbindung mit einem Glühen des Amalgams zur Verflüchtigung des Quecksilbers; ein um die Mitte des 16. Jahrhunderts in Mexico erfundener Prozess, welcher erst in der zweiten Hälfte des 17. Jahrhunderts nach Europa kam und im 8. Jahrzehnt des vorigen Jahrhunderts von BORN in Ungarn und von GELLERT in Freiberg eingeführt wurde.

Amalgamation.

Dieses Verfahren verdient den Vorzug vor dem vorigen bei hohen Preisen des Brennmaterials und niedrigen des Quecksilbers bei silberärmeren Dürrerzen oder bleifreien Kupfererzen und kupferhaltigen Zwischenproducten (Kupferstein, Schwarzkupfer). Durch vorheriges Schmelzen silberarmer erdiger Erze mit Schwefelkies (Roharbeit) lässt sich der Silbergehalt im Schwefeleisen (Rohstein) anreichern. Nur die eigentlichen Silbererze pflegt man direct der Amalgamation zu unterwerfen; bei silberhaltigen Kupfererzen concentrirt man das Silber im Kupferstein oder Schwarzkupfer und amalgamirt dann diese Producte. Es bietet die Amalgamation vor der Verbleiung solcher Kupfererze die Vortheile einer wohlfeileren Arbeit, einer vollkommneren Silberscheidung, eines geringeren Kupferverlustes und der Darstellung eines reineren Kupfers dar. Es hält aber das

Vergleichung der Amalgamation mit der Verbleiung.

1) Freib. Jahrb. 1848. S. 79.

Garkupfer immer noch $^1/_2$ Lth. Ag im Ctr. zurück und bei gleichzeitigem Goldgehalt findet ein empfindlicher Goldverlust statt, so dass sich goldreichere Schwarzkupfer nicht für die Amalgamation eignen. Die Vorzüge der europäischen Amalgamation vor der amerikanischen bestehen wiederum in der vollkommneren Ausscheidung des Silbers und dem bedeutend geringeren Quecksilberverlust, wogegen bei letzterer weder besondere Gebäude und Maschinen, noch Brennmaterial erforderlich sind.

Auflösungs- und Fällungsprozesse.

2) Das Auflösen und Fällen des Silbers im metallischen Zustande. Hierher gehören besonders die durch zwei vormalige Mansfelder Beamten, AUGUSTIN und ZIERVOGEL, in neuerer Zeit fast gleichzeitig auf dem Felde der Metallurgie in der ersten Hälfte der vierziger Jahre hervorgerufenen Prozesse, welche sich durch ihre Einfachheit, Wohlfeilheit, geringere Schädlichkeit und das rasche Ausbringen des Silbers vor der Amalgamation und ganz besonders vor der Verbleiung auszeichnen. AUGUSTIN verwandelt das in Erzen und Zwischenproducten enthaltene Silber durch ein chlorirendes Rösten in Chlorsilber, löst dieses in concentrirter Kochsalzlauge auf und schlägt aus der Lösung das Silber durch Kupfer nieder. ZIERVOGEL röstet die Erze etc. unter solchen Umständen ab, dass sich das darin enthaltene Silber in Silbervitriol verwandelt. Dieser wird mit heissem Wasser ausgelaugt und aus der Lauge das Silber ebenfalls durch Kupfer gefällt. Beide Methoden geben nur dann einen guten Erfolg, wenn der Röstprozess höchst subtil geleitet wird und das zu behandelnde Erz oder Zwischenproduct (z. B. Stein) nicht zu reich und entweder frei von schädlichen Beimengungen (Blei, Zink, Antimon, Arsen) ist oder doch nur geringe Mengen davon enthält. Der ZIERVOGEL'sche Prozess ist einfacher und wohlfeiler als der AUGUSTIN'sche, verlangt aber ein noch reineres Rohmaterial, als dieser.

AUGUSTIN's u. ZIERVOGEL's Prozesse.

PATERA's Methode.

3) Auflösen und Fällen des Silbers im geschwefelten Zustande nach PATERA's Methode. Bei diesem für Gemenge von reichen Silbererzen mit Nickel- und Kobalterzen besonders geeigneten Verfahren röstet man erst für sich mit Wasserdampf, dann chlorirend, ex-

trahirt das gebildete Chlorsilber mit unterschwefligsaurem Natron, fällt aus der Lösung das Silber als Schwefelsilber und benutzt die zurückbleibende Lösung auf Nickel und Kobalt.

Sulfatisatio prozesse

5) Behandlung von gereinigtem Schwarzkupfer oder geröstetem concentrirten Kupfersteine mit verdünnter Schwefelsäure. Die Anwendung von Schwefelsäure zur Scheidung von Silber und Kupfer, schon von S[illegible]at[1]) und Karsten[2]) empfohlen, ist erst in neuester Zeit passend zur Geltung gekommen. Dabei erfolgen Kupfervitriol und silberreiche Rückstände, welche meist verbleit werden. Dieses Verfahren lässt — was die vorigen nicht thun — die Anwendung bleiischer Substanzen zu und ist neuerdings mehrfach an die Stelle der Saigerung getreten (S. 46). Gleichzeitig wird durch dasselbe ein Goldgehalt vollständiger ausgebracht, als durch die Saigerung, den Kupferauflösungs- und Abdarrprozess und die Amalgamation der Schwarzkupfer. Weniger einfach, als die Behandlung der gerösteten Kupfersteine oder des verblasenen Schwarzkupfers direct mit verdünnter Schwefelsäure ist das von Wehrle und Rochel[3]) empfohlene Verfahren, das gegaarte und granulirte Kupfer durch Rösten mit Kochsalz in einem Flammofen in Oxyd zu verwandeln und dieses in verdünnter Schwefelsäure zu lösen.

Classificati der Silber winnungs- methoden.

Nach Vorstehendem lassen sich die Silbergewinnungsmethoden in folgende Abtheilungen bringen:

I. Abtheilung. Silbergewinnung auf trocknem Wege mittelst Bleies.

I. Abschnitt. Gewinnung von silberhaltigem Blei (Werkblei).

1. Kapitel. Bleiarbeit mit silberhaltigen Erzen.

A. Reiche Silbererze. Schmelzen in Tiegeln (früher zu Kongsberg), Feinbrennen (Kongsberg), Eintränken beim Abtreiben (Andreasberg, Poullaouen, Freiberg) und Verschmelzen mit bleii-

1) Ann. d. Chem. u. Phys. Bd. 31. S. 436. Oesterr. Ztschr. 1857. S. 282.

2) Karst. Metallurgie V, 419. Oesterr. Ztschr. 1857. S. 282.

3) Oesterr. Ztschr. 1857. S. 281, 289, 313.

schen Producten (Andreasberg, Freiberg, Joachimsthal).

B. Silberhaltige Bleierze. Zugutemachung nach den bei „Blei“ in Bd. II. angegebenen Methoden.

C. Silberhaltige Kupfererze. Verschmelzen mit Bleierzen oder bleiischen Producten (Lohe, Müsen, Freiberg, Andreasberg, Victorfriedrichshütte).

D. Silberarme Dürrerze. Rohschmelzen mit Kies in Schachtöfen (Kongsberg, Lend, Niederungarn, Altai) oder Flammöfen (Freiberg) auf Rohstein.

2. Kapitel. Bleiarbeit mit silberhaltigen Lechen.

A. Eintränkarbeit (Altai, Kongsberg).

B. Schmelzen mit Bleierzen oder bleiischen Producten (Niederungarn, Lend, Freiberg).

C. Entsilberung durch bleiische Producte und Kupfer (Kupferauflösungsprocess in Oberungarn und Abdarrprocess in [illegible]).

3. Kapitel. [illegible] mit silberhaltigen Speisen (Freiberg).

4. Kapitel. [illegible] mit silberhaltigem Schwarzkupfer.

A. [illegible] Kupfer [illegible].

B. [illegible] K[illegible] Unter- und O[illegible] M[illegible] und zu [illegible].

II. A[illegible] Werkblei.

1. K[illegible] Zwischen- [illegible] Eng- land [illegible] England. Freiberg [illegible] B[illegible]berg. [illegible]

2. Kap[illegible]

A. [illegible] Holz- [illegible]fried- [illegible]and, Kongsberg [illegible]witz, [illegible] Freiberg.

Kremnitz, Altai) oder Steinkohlen (Lohe, Holzappel); mit Concentration bis zum Schwarzblick (Tarnowitz, Ungarn).

B. Englischer Treibprozess (England, Stolberg, Commern).

3. Kapitel. Feiniren des Blicksilbers.

A. Feinbrennen im Treibofen (Lohe).

B. Feinbrennen vor dem Gebläse (früher in Freiberg).

C. Feinbrennen unter der Muffel (Unter- und Oberharz, Victorfriedrichshütte).

D. Feinbrennen im Flammofen mit beweglichem Herd (Tarnowitz, England, Poullaouen, Kongsberg) und mit unbeweglichem Herd (Przibram, Freiberg, Mansfeld, Holzappel).

E. Feinschmelzen in Tiegeln (Pontgibaud, Arany-Idka, früher in Przibram und Freiberg).

4. Kapitel. Extraction des Silbers mittelst Zinks (Carmartenshire, Tarnowitzer Versuche).

II. Abtheilung. Silbergewinnung auf nassem Wege.

I. Abschnitt. Mittelst Quecksilbers (Amalgamation).

1. Kapitel. Europäische Fässeramalgamation für Erze (Arany-Idka, Huëlgoat, früher in Freiberg und Joachimsthal), Kupfersteine (Banat, früher im Mansfeldschen), Speisen (Schmöllnitz, Oberschlema) und Schwarzkupfer (Schmöllnitz, Offenbanga, Banat).

2. Kapitel. Amerikanische Haufenamalgamation (Peru, Chili, Mexico).

3. Kapitel. Combinirte Fässer- und Haufenamalgamation. (Früheres Verfahren zu Huëlgoat).

II. Abschnitt. Mittelst Auflösung und Fällung des Silbers.

1. Kapitel. Auflösung von Chlorsilber in Kochsalz und Fällen des Silbers im metallischen Zustande nach AUGUSTIN's Methode für Erze (Ungarn, Amerika, Savoyen, Versuche in Freiberg), Kupfersteine (Ungarn, früher in Mansfeld und Freiberg), Speisen (Ungarn) und Schwarzkupfer (Tajova).

2. Kapitel. Auflösung von Silbervitriol in Wasser und

Fällen des Silbers im metallischen Zustande nach **Ziervogel**'s Methode für Kupfersteine (Mansfeld) und versuchsweise für Rohsteine (Schemnitz).

3. Kapitel. Auflösen von Chlorsilber in unterschwefligsaurem Natron (nach Patera) oder unterschwefligsaurem Kalk (nach Kiss) und Fällen des Silbers als Schwefelsilber (Patera's Methode zu Joachimsthal).
4. Kapitel. Auflösen in Ammoniak (Versuche in Savoyen).

III. Abschnitt. Mittelst Auflösens in Schwefelsäure, Verbleiens des silberhaltigen Rückstandes und Erzeugung von Kupfervitriol.

1. Kapitel. Auflösung von gerösteten Kupfersteinen (Freiberg).
2. Kapitel. Auflösung von verblasenem Schwarzkupfer (Okerhütte am Unterharz, Altenauer Hütte am Oberharz, Fahlun).

I. Abtheilung.

Silbergewinnung auf trocknem Wege mittelst Bleies.

irkung des Bleies.

§. 4. Allgemeines. Das Blei wird entweder im metallischen, oxydischen oder geschwefelten Zustande angewandt und in letzterem Falle während des Schmelzprozesses selbst erst im metallischen Zustande, z. B. durch Eisen, abgeschieden. Die zerlegende Wirkung des Bleies und seiner genannten Verbindungen auf silberhaltige Substanzen kann verschieden sein.

1) Zerlegung des Schwefelsilbers durch metallisches Blei unter Bildung von Schwefelblei und Abscheidung des Silbers, welches von dem Bleiüberschuss aufgenommen wird (I. 31).

$\acute{Ag} + x\,Pb = Ag\,Pb^x + \acute{Pb}$. Enthalten die Silbererze noch andere Schwefelmetalle, z. B. $\acute{Fe}$ und $\acute{Cu}$, so werden

dieselben vom Blei ebenfalls mehr oder weniger zerlegt und ihre Radicale verunreinigen das Werkblei. [1])

Als Producte der Schmelzung erhält man silberhaltiges Blei und entsilberten Stein ($\acute{Fe}$, $\acute{Cu}$, $\acute{Pb}$). Je weniger Cu die Erze enthalten, desto leichter und vollkommener ist die Extraction des Silbers, weil das $\acute{Cu}$ stets einen Theil des $\acute{Ag}$ mit grosser Kraft im Stein zurückhält und eine wiederholte Ausziehung desselben erforderlich macht (I. 31). Da nun die Silbererze selten frei von silberhaltigen Kupfererzen sind, so erfolgt stets ein kupferhaltiger Stein, der niemals durch Blei oder Bleierze vollständig zu entsilbern ist. Man lässt seinen endlichen Silbergehalt entweder ganz unbeachtet oder gewinnt ihn erst aus dem daraus erzeugten Schwarzkupfer. Es halten indessen auch Schwefelblei und Schwefeleisen immer geringe Silbermengen zurück. Antimon- und Arsensilber verhalten sich zum Blei ähnlich wie Schwefelsilber.

Der vorstehende chemische Prozess findet statt beim Verschmelzen reicher geschwefelter Silbererze mit Blei in Tiegeln, beim Eintränken derselben in Blei, bei der Behandlung roher silberhaltiger Steine mit metallischem Blei (Einträнkarbeit und hydrostatisches Schmelzen), ferner theilweise bei der Niederschlagsarbeit silberhaltiger Bleiglanze durch Eisen. Ein Theil des Silbers wird in letzterem Falle durch Zersetzung des $\acute{Ag}$ mittelst Fe ausgeschieden (I. 30). Zu einer vollständigen Zersetzung des $\acute{Ag}$ durch Fe gehört ein lange anhaltendes Schmelzen, trotzdem aber erfolgt die Entsilberung niemals ganz vollständig.

Enthalten die Erze gediegen Silber, so wird dasselbe sofort vom Blei aufgenommen.

Durch Zusatz von Kupfer kann die Entsilberung von Lechen durch Blei begünstigt werden, indem sich aus dem Schwefelsilber unter Bildung von Schwefelkupfer Silber ausscheidet (Eintränken von Rohstein in kupferhaltiges Blei zu Kongsberg, Kupferauflösung und Abdarrprozess).

---

1) Wirkung des Bleies auf die Arsenschwefelverbindungen des Fe, Cu und Ni in Erdm. J. X, 13.

2) Zerlegung von Silberoxyd ($\dot{A}g + 2\,Pb = \dot{P}b + Ag\,Pb$) und schwefelsaurem Silberoxyd ($\dot{A}g\,\dddot{S} + 3\,Pb = Pb\,Ag + 2\,\dot{P}b + \dddot{S}$) durch metallisches Blei. Diese Reactionen können z. B. eintreten:

a) beim Verschmelzen gerösteter Silbererze mit Blei oder bleiischen Producten, aus denen sich metallisches Blei ausscheidet, indem $\acute{A}g$ beim Rösten mit anderen Schwefelmetallen mehr oder weniger in $\dot{A}g\,\dddot{S}$ übergeht[1] (I. 23).

b) Beim Abtreiben des Werkbleies bildet sich neben $\dot{P}b$ auch $\dot{A}g$[2]), welches in Berührung mit dem überschüssigen Blei theilweise zerlegt wird.

c) Verschlacktes Silberoxydul wird aus der Schlacke durch Blei reducirt oder durch Schwefelblei geschwefelt. Nach Rose und Lenssen[3]) geht Silberoxydul, $\dot{A}g$, mit Basen R^2O^3 Verbindungen ein, welche Glühhitzen aushalten, ohne dass sich das $\dot{A}g$ zerlegt oder höher oxydirt.

3) Zersetzung des Schwefelsilbers durch Bleioxyd ($\acute{A}g + 2\,\dot{P}b = Pb^2\,Ag + \dddot{S}$) oder schwefelsaures Bleioxyd ($\acute{A}g + \dot{P}b\,\dddot{S} = Pb\,Ag + 2\,\dddot{S}$). Dieser Prozess findet z. B. statt:

a) Beim Verschmelzen ungerösteter Silbererze oder silberhaltiger Leche mit gerösteten Bleierzen oder oxydischen Bleiverbindungen (Glätte, Abstrich, Herd etc.), wobei gleichzeitig die unter 1 und 2 angegebene Reaction durch Reduction von metallischem Blei eintreten kann. Herd ist ein besseres Entsilberungsmittel, als Glätte, indem letztere sich zu rasch reducirt und dann das Blei mit dem Silber nicht in so innige Berührung kommt, weshalb man den Herd

1) Entstehung des $\acute{A}g$ bei Hüttenprozessen: Karst. Metallurg. V, 472.
2) Fournet in Erdm. J. f. ök. u. techn. Chem. I., 49, 80.
3) Erdm. J. f. pr. Chem. Bd. 85 S. 96.

wohl zur letzten Entsilberung der Leche aufhebt, wie in Müsen.[1])

Bei diesem Schmelzverfahren ist ein Steinfall und somit ein Silberrückhalt im Stein nicht zu vermeiden, indem theils die beim Rösten der Bleierze nicht zerlegten und die im Silbererz enthaltenen Schwefelmetalle, theils aber auch die aus den schwefelsauren Salzen reducirten Schwefelmetalle einen silberhaltigen Lech bilden.

b) Beim Behandeln silberhaltiger Bleiglanze im Flammofen, wobei durch das beim Rösten gebildete Bleioxyd und schwefelsaure Bleioxyd das Ág zu Anfang der nachfolgenden Reactionsperiode verhältnissmässig reichlicher zersetzt wird, als Ṕb, so dass nach FALLIZE[2]) das zu Anfang erfolgende Blei silberreicher, als das spätere ist (II. 46).

c) Beim Eintränken reicher Silbererze ins Werkblei beim Abtreiben, wobei das Schwefelsilber durch Blei und Bleioxyd zerlegt wird.

d) Beim Feinbrennen reicher Silbererze, welche neben Gediegensilber auch Schwefelsilber enthalten, bei Bleizusatz (Kongsberg).

4) Ausziehung von Silber aus silberhaltigem Kupfer durch Blei durch Zusammenschmelzen beider und Absaigern von silberhaltigem Blei oder durch Abtreiben des Kupfers mit Blei.

Modificatio bei der V bleiung.

Ob die Entsilberung gleich mit den Erzen oder erst mit daraus dargestelltem Stein oder Schwarzkupfer vorgenommen wird, richtet sich, wie bereits bemerkt, nach dem Silbergehalt und nach Localverhältnissen, namentlich nach der Menge und dem Preise der zu Gebote stehenden Bleierze und bleiischen Producte.

1) Preuss. Ztschr. X, 199.
2) B. u. h. Ztg. 1860. S. 359; 1863. S. 285.

ERSTER ABSCHNITT.

Gewinnung von silberhaltigem Blei (Werkblei).

Erstes Kapitel.

Bleiarbeit mit silberhaltigen Erzen.

[…lzmaterialien und Verbleiungsmittel.] §. 5. Allgemeines. Dieser Arbeit können die vorhe[r] bezeichneten Erze (S. 44) im rohen oder gerösteten Zustande unterworfen werden und verwendet man als Verbleiungsmittel metallisches Blei, Bleierze im gerösteten oder rohen Zustande und Producte vom Abtreiben (Glätte, Herd, Abstrich).

A. Zugutemachung reicher Silbererze.

[…elzmethoden.] §. 6. Allgemeines. Reiche Silbererze (Gediegen Silber, Glaserz, Chlorsilber, Sprödglaserz, Rothgiltigerz etc.) werden, wo man es haben kann, am wohlfeilsten und vollkommensten durch Eintränken beim Abtreiben zugutegemacht. Erze, welche vorwaltend gediegen Silber enthalten, lassen sich zweckmässig in Tiegeln verschmelzen oder gleich feinbrennen. Bei mittelreichen Erzen, wo die vorhergehenden Methoden keine günstigen Resultate mehr geben, verschmilzt man die Erze mit Eisen und bleiischen Erzen oder solchen Producten.

[…fahren.] §. 7. Einschmelzen reicher Erze in Tiegeln. Die Erze werden in Graphit- oder feuerfesten Thontiegeln gewöhnlich mit einem Zuschlag von Eisen zur Zerlegung des Ág und von etwas Blei verschmolzen, wenn solches nicht schon in den Erzen vorhanden. Man zieht statt des Bleies Glätte vor, wenn erdige Substanzen vorhanden, und gibt dann zweckmässig auch einen Zusatz von etwas Potasche und Glas. Das resultirende bleihaltige Silber wird feingebrannt und der Stein gewöhnlich durch nochmalige Behandlung mit Eisen entsilbert.

[…ispiel. …gsberg.] Früheres Verfahren zu Kongsberg. [1]) Die

---

1) Erzvorkommen: Hausmann scandin. Reise II, 33. — Russegger's Reisen IV, 551. — Durocher in B. u. h. Ztg. 1855. S. 49. — Böbert in

Kongsberger Erzgänge[1]) führen hauptsächlich gediegen Silber, nicht selten auch Silberglanz, Sprödglaserz und Rothgiltigerz und in deren Begleitung Bleiglanz, Kupferkies und Zinkblende. Bei der Aufbereitung erfolgen Gediegensilber mit 90% Ag, sowie Schlämme und Schliege, welche letztere beiden Producte einer Roh- und Verbleiungsarbeit unterworfen werden.

Das Gediegensilber wurde früher in einem kleinen Garherd mit Gebläse eingeschmolzen, wobei aber durch die Dämpfe des As, Zn und S viel Ag mit fortgerissen wurde. Man schritt deshalb zum Tiegelschmelzen und fand, dass zwar der Silberverlust beim Schmelzen viel geringer war als früher, dagegen beim Feinbrennen desto grösser wurde. Seitdem man aber beim Schmelzen 3% Eisenfeile zur Zersetzung des flüchtigen Schwefelsilbers zugeschlagen hat, stellte sich der Erfolg günstiger und zwar gelang die Zersetzung um so vollständiger, je weniger Kupfer vorhanden.

Das Schmelzen geschah in Ypsertiegeln in Quantitäten von 600 Mark in einem Zugofen. Zur Verschlackung des Fe diente ein Zusatz von Quarz und 1% Borax. Man schmolz täglich in ein und demselben Tiegel 4—6 mal und erhielt folgende Producte:

a) **Silber**, ward bei einem geringen Zusatz von Blei (auf 3 Mark etwa 1 Loth) auf beweglichen Testen feingebrannt. Auf 100 Mark brauchte man etwa 110 Cbfss. leichte Fichtenkohlen. Man hatte pro Mark durchschnittlich einen Silberverlust von $2\frac{3}{4}$ Loth. Die Brandsilber wurden von der Münze zu 15 Loth 16 Grän angenommen.

b) **Schlacke.** Sie wurde mit dem Gekrätz vom Feinbrennen gestossen, die grösseren Silberkörner ausgewaschen und der Rest an die Roharbeit abgegeben.

Karst. Arch. XII. Herter in B. u. h. Ztg. 1855. S. 99. — Leoben. Jahrb. 1852. II. 190. — Gurlt in B. u. h. Ztg. 1858. S. 101. — Cotta, Erzlagerst. 1861. II, 512.

1) Hüttenprozesse und Aufbereitung: Tunner's Leoben. Jahrb. 1852. II, 191. — Herter in B. u. h. Ztg. 1855. S. 99; 1856. S. 164. — Stalsberg in B. u. h. Ztg. 1862. S. 433.

Seit 1844 ist das Tiegelschmelzen aufgegeben und die in §. 8 beschriebene einfachere Methode in Anwendung gekommen.

rfahren zu ongsberg.

§. 8. Feinbrennen des gediegenen Silbers. Man schmilzt zu Kongsberg[1]) das Gediegensilber, welches auch etwas Glaserz enthält, mit ein wenig zerschnittenem Eisendraht, Kalk und 1,5% Glätte bei geschlossener Arbeitsthür auf dem Feinbrennherd schnell ein, zieht die Krätze ab und treibt das Silber wie gewöhnlich fein. Krätzen und Herd werden in einem kleinen Schachtofen auf eine Legirung mit 8—10 Loth Silber pro Mark verschmolzen und diese beim nächsten Feinbrennen zugesetzt, während der gleichzeitig fallende Stein (3—6 Ctr. jährlich) mit 8—12 Mark Silber im Centner zur Steinverbleiung und die Schlacke zur Roharbeit kommt. Die grösste Menge der jährlich 20—25000 Mark Feinsilber betragenden Production Kongsbergs kommt vom gediegenen Silber.

Theorie.

§. 9. Eintränken reicher Silbererze in Werkblei beim Abtreiben. Hierbei wird das geschwefelte oder arsenicirte Silber hauptsächlich durch das beim Abtreiben gebildete Bleioxyd zerlegt, welches auch mit den erdigen Bestandtheilen des Erzes eine Schlacke gibt, während das freigemachte Silber vom Blei aufgenommen wird.

Beispiele. Andreasberg.

1) Zur St. Andreasberger Hütte[2]) auf dem Oberharze werden Silbererze mit 10% Ag und darüber beim Treiben armer Werke, sobald der Abstrich anfängt in Glätte überzugehen, mittelst einer eisernen Kelle in Quantitäten von 1—2 Ctr. bei abgestelltem Gebläse auf das Metallbad gestreut, worauf man etwa 1 Stunde stark feuert. Theils durch Röstung, theils durch Einwirkung des Bleioxyds wird das Silber frei gemacht und geht ins Blei, es kommt Alles in dünnen Fluss und bei angelassenem Gebläse geben die erdigen Bestandtheile eine Schlacke, welche mit dem Streichholz abgezogen und bei einem Gehalte von einigen Loth Silber bei andern Bleischmelzarbeiten mit zugesetzt wird.

oullaouen.

2) Zu Poullaouen[3]) setzt man beim Abtreiben die

1) B. u. h. Ztg. 1855. S. 117; 1862. S. 437.

2) Kerl, Oberharzer Hüttenprozesse 1860. S. 694.

3) Rivot, traité de métallurgie. II, 617. 1860. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 351.

über 2% Ag enthaltenden rothen Erden von Huëlgoat (Quarzsand und eisenschüssiger Thon mit Chlor-, Brom-, Schwefel- und Gediegensilber) und Rohsilber von der Amalgamation zu, und zwar erstere während der Bildung verkäuflicher Glätte, welche das Chlorsilber etc. rasch zersetzt, letzteres dagegen am Ende des Treibens, weil sonst die Handelsglätte zu silberreich werden würde.

Freiberg.

3) In Freiberg werden gediegen Ag und reiche Silbererze beim Treiben eingetränkt, desgleichen früher die Silber von der AUGUSTIN'schen Silberextraction mit 70—85 Pfdthl. Ag im Pfd.

Anwendb keit der thode

§. 10. **Verschmelzen reicher und mittelreicher Silbererze mit bleiischen Substanzen.** Diese Methode ist in Bezug auf das Silberausbringen nur vortheilhaft, wenn man den Silbererzen soviel Bleierze und bleiische Producte zusetzen kann, dass das Silber vom Blei gedeckt ist, weil sonst ein grösserer Silberverlust durch Verschlackung eintritt und mehr Silber in den Zwischenproducten bleibt. Zur Andreasberger Hütte rechnet man z. B. erfahrungsmässig auf 1 Quint oder Pfundtheil Silber in den Erzen 2—3 Pfd. Blei. Werden geschwefelte Bleierze als Entsilberungsmittel angewandt, so ist die Zutheilung des Fälleisens nicht allein durch die Menge des Schwefels, sondern auch durch die des Arsens in den Silbererzen bedingt (II. 125). Nach zu Joachimsthal von MARKUS[1]) gemachten Erfahrungen sind nachstehende Verhältnisse einer Entsilberung ohne Metallverlust besonders günstig: ein hoher, unten weiter Ofen; Düsenneigung von 20°; dunkle, 9—10 Zoll lange Nase; dunkle Gicht; möglichst schneller Gang bei einer Windpressung von etwa 4 Lin. Hg.; eine Schlacke von der Zusammensetzung $3\,\dot{F}e^3\,\dddot{Si} + \dot{C}a^3\,\dddot{Si}^2 + \dddot{\bar{A}}l\,\dddot{Si}^2$.

Bei Mangel an bleiischen Producten und Bleierzen unterwirft man nicht allzureiche Silbererze am besten vor der Entsilberung durch Blei einer Roharbeit, indem man das Silber mittelst Schwefelkieses in einem Stein ansammelt.

1) B. u. h. Ztg. 1857. S. 51.

ispiele. easberg.

1) Zur St. Andreasberger Hütte[1]) werden der reichen Bleiarbeit Silbererze mit $2^{1}/_{2}$—10% Silber gemeinschaftlich mit Bleiglanz, Treibproducten, Eisen und Schlacken unterworfen (II. 138), die reicheren Erze eingetränkt (S. 58) und die ärmern der armen Bleiarbeit übergeben (II. 135). Bei der reichen Bleiarbeit rechnet man auf 1 Quint (Pfundtheil) Silber 2—3, bei der armen 4—5 Pfd. Blei. Das erfolgende Werkblei wird abgetrieben, der Bleistein mit dem armen Bleistein wiederholt durchgestochen, der zuletzt erfolgte Kupferstein auf Schwarzkupfer (II. 464) verschmolzen und dieses durch Saigerung entsilbert.

igarn.

2) Auf den niederungarischen Hütten werden Dürrerze bis zum höchsten Gehalte mit gerösteten Bleierzen und Rohstein verschmolzen (Reichverbleiung, §. 21, 1) und auf den oberungarischen Hütten kommen ärmere Geschicke zur Arm-, reichere zur Reichverbleiung (Kupferauflösungsprozess §. 24).

lemont.

3) Zu Allemont[2]) im Isère-Departement werden die Silbererze, aus ged. Ag, Silberglanz und Rothgiltig bestehend und mit Kalkspath, Kieselthon, wenig Schwefelkies und viel Brauneisenstein gemengt, durch Handscheidung und Trockenpochen aufbereitet. 100 Ctr. Erz mit durchschnittlich 24 Loth Silber pro Ctr. werden mit 150 Ctr. Erzschlacken, 16 Ctr. gebranntem Kalk, 16 Ctr. Eisenfrischschlacken und so viel Bleiglanz, Glätte und Herd versetzt, dass 4 märkige Werke entstehen.

Als Zersetzungsmittel für das Schwefelblei wirkt der Eisengehalt der Brauneisensteine und der Eisenfrischschlacken.

Das Schmelzen findet in $3^{1}/_{2}$' hohen Krummöfen mit Holzkohlen statt und liefert folgende Producte:

a) Werkblei. Wird vertrieben. Es enthält etwa nur $^{2}/_{3}$ des Silbergehalts des Erzes.

b) Stein, enthält $^{1}/_{3}$ des Silbergehalts. Er wird mit Glätte und Herd umgeschmolzen, wobei treibwürdiges Werkblei und ein zweiter Stein erfolgt, der nicht weiter benutzt wird.

1) Kerl, Oberharzer Hüttenprozesse 1860. S. 682.
2) Karsten's Met. V, 508.

c) Schlacken, werden theils abgesetzt, theils in die Beschickung gegeben.

Dieses Verfahren ist mit sämmtlichen oben angegebenen Mängeln behaftet. Der Bleiglanz ist von den Hütten weit entfernt, weshalb man seinen Zusatz möglichst beschränkt und dadurch zu grossen Silberverlusten durch Verschlackung Veranlassung gibt. Die Reichhaltigkeit der Steine spricht für eine unzweckmässige Beschickung und die niedern Schmelzöfen gestatten nur eine mangelhafte Arbeit bei bedeutendem Brennmaterialconsum.

Freiberg.

4) In Freiberg[1]) hat man Dürrerze mit 80—90 Pfundtheilen Ag im Centner und 2—3% Co und Ni versuchsweise mit 100—150 Ctr. geröstetem Bleiglanz, 50—70 Ctr. geröstetem Rohstein und 12 Ctr. Kalkstein verschmolzen, um das Ag im Blei, Ni und Co in einer Speise anzureichern. Zur Vergleichung hat man dieselben Erze der Amalgamation unterworfen.

Silberreichere, ungeröstete Dürrerze werden der Bleierzbeschickung zugesetzt und man gibt dann behuf vollständigerer Entsilberung kurz vor dem jedesmaligen Abstechen bleiische Verschläge in den Brandmauerwinkeln auf (II. 196).

Joachimsthal.

5) In Joachimsthal wurden früher die reichen Silbererze verbleit (II. 156); sie kommen jetzt zur Zugutemachung auf nassem Wege nach PATERA's Methode.

B. Zugutemachung silberhaltiger Bleierze.

Allgemeines Verfahren.

§. 11. Allgemeines. Hierher gehören die meisten Prozesse, welche früher beim Blei (Bd. II.) abgehandelt sind. Selten enthalten die Bleierze gar kein Silber, und daher sind die meisten der beschriebenen Bleigewinnungsmethoden zugleich als eine Vorarbeit für die Silbergewinnung zu betrachten, indem dadurch das Silber ins Blei gebracht wird, und es kommt dabei nur darauf an, ob die Abscheidung des Silbers lohnend ist. Durch Einführung des Pattinsonirens hat man neuerdings auf vielen Werken eine früher nicht mögliche Nutzbarmachung eines geringen Silbergehaltes erzielt, auch hat bei Bleiflammofenprozessen das Abstechen

1) Freib. Jahrb. 1848. S. 79.

der zu Anfang der Reactionsperiode erfolgenden Bleimengen (S. 55) eine Silbergewinnung daraus ermöglicht.

Der Kupfergehalt der Erze sammelt sich in einem Stein an, welcher immer Silber zurückhält. Dieser Silbergehalt wird entweder unbeachtet gelassen, oder auf trocknem oder nassem Wege aus dem Stein oder daraus erfolgtem Schwarzkupfer gewonnen.

C. Zugutemachung silberhaltiger Kupfererze.

Schmelzverfahren.

§. 12. Allgemeines. Dieses Verfahren — in einem Zusammenschmelzen von gerösteten Kupfererzen (Fahlerz, Kupferkies) mit gerösteten Bleierzen und wiederholter Entsilberung des dabei fallenden Blei- und später Kupfersteins mit bleiischen Producten und endlich einer Saigerung des bleiischen Schwarzkupfers bestehend — erfordert unter nicht unbedeutendem Aufwand an Zeit und Brennmaterial eine Menge kostspieliger, die Uebersicht störender Zwischenarbeiten und liefert keine sehr reinen Producte. Dasselbe steht deshalb meist nur da in Ausführung, wo bei einem innigen Zusammenvorkommen von Silber-, Blei- und Kupfererzen (Müsen) eine getrennte Zugutemachung der einzelnen Erzsorten nur mit grossen Kosten und Verlusten oder gar nicht auszuführen ist. Bei bleifreien und silberärmern Erzen mit nicht über 0,2% Silber ist diesem Verfahren ein vorheriges Rohschmelzen mit Schwefelkies zu einem dann durch Blei zu entsilbernden Rohstein vorzuziehen, indem beim Verschmelzen der rohen Erze nach letzterer Methode weniger Metallverlust entsteht, als bei einer den Grund zum Verschlacken der Metalle legenden vorangegangenen Röstarbeit.

Je nach der Erzbeschaffenheit und nach localen Verhältnissen können statt einer directen Verbleiung der später zu erwähnende Abdarrprozess (§. 25) oder Prozesse auf nassem Wege an die Stelle treten.

Lohe und Müsen.

§. 13. Beispiele. Schmelzprozess zu Lohe und Müsen. Derselbe ist bereits beim Blei (II. 209) abgehandelt, neuerdings[1]) aber insofern abgeändert, als zur Loher Hütte die unvollkommne, zeitraubende Röstung der Bleierze

1) Preuss. Ztschr. 1862. X, 172. B. u. h. Ztg. 1863. S. 91

(Fahlerze und Kupferkiese sollen demnächst ebenso behandelt werden) durch die Flammofenröstung ersetzt ist. Man bedarf dabei kaum 1/20 der früheren Zeit, der schädliche Einfluss der Röstdämpfe auf die Umgebung ist beseitigt und in Folge der vollständigeren, gleichmässigeren Röstung sind bei Ersparung von Brennmaterial beim Erzschmelzen die Steinarbeiten wesentlich vereinfacht.

Freiberg. In Freiberg (II. 194) werden Kupfererze mit nicht über 6% Cu und mit über 12 Pfdthl. Ag im Centner gemeinschaftlich mit Bleierzen geröstet und verschmolzen.

Andreasb[erg]. Zur Andreasberger Silberhütte[1]) auf dem Oberharze kommen Fahlerze zur Bleiglanzbeschickung (II. 138).

Victorfri[ed]richshütt[e]. Auf Victorfriedrichshütte am Unterharze (II. 146, [illegible]) verschmilzt man gemischte Kiese (Bleiglanz mit Fahlerz [u]nd Kupferkies) mit geröstetem Bleistein.

D. Rohschmelzen silberarmer und ganz oder fast blei- und kupferfreier Dürrerze.

Zweck u[nd] Werth d[er] Roharbe[it]. §. 14. Allgemeines. Silberarme Dürrerze, welche ganz frei von Blei und Kupfer oder so arm daran sind, dass diese Metalle nicht als Ansammlungsmittel für das Silber dienen können, würden bei directer Verbleiung wegen des Uebermaasses vorhandener Erden einen grossen Metallverlust durch Verschlackung, ein zu silberarmes Blei etc. geben, weshalb dieselben zweckmässig zuvor mit Schwefelkies, wenn sie solchen nicht schon enthalten, auf einen im Wesentlichen aus Schwefeleisen bestehenden Rohstein (I. 746) verschmolzen werden, in welchem sich unter Verschlackung der Erden und fremden Metalloxyde durch passende Zuschläge der Silbergehalt soweit concentrirt, dass er aus dem rohen oder gerösteten Stein mittelst Bleies extrahirt werden kann, insofern man bei gänzlichem Bleimangel und einem noch weiter zu concentrirenden Kupfergehalt nicht den nassen Weg der Silberextraction vorzieht. Wo es an Schwefelkies fehlt, hat man behuf der Steinbildung wohl Schwerspath[2]) angewandt (Sibirien). Der geröstete Rohstein wirkt, im Ge-

1) Kerl, Oberharz. Hüttenprozesse 1860. 2. Aufl. S. 682.
2) Bgwfd. XVI. Nr. 7.

gensatz zu einem Erze mit demselben Silbergehalt, bei der Verbleiung sehr günstig, sein Eisengehalt schützt das Blei gegen Verschlackung, befördert die Schlackenbildung und wirkt als Präcipitationsmittel auf vorhandenes geschwefeltes Blei, so dass die auf seine Erzeugung verwandten Kosten durch diese Eigenschaften völlig gedeckt werden.

Ausserdem ist diese Roharbeit noch deshalb eine sehr vortheilhafte Arbeit, weil man nebenbei alle Abgänge [Schlacken, Ofengeschur, Amalgamirrückstände[1]) etc.] zuschlagen und darin enthaltenes Cu, Ag und Pb zum grossen Theil gewinnen kann.

Hauptmomente bei der Roharbeit.

Bei Ausführung der Roharbeit sind nachstehende Puncte besonders in Rücksicht zu ziehen:

Beschickung.

1) Die Herstellung einer richtigen Beschickung, und zwar

Verhältniss d. Silbers zur Rohsteinmenge.

a) hinsichtlich des Verhältnisses der Silber- zur ganzen Rohsteinmenge. Die Erfahrung hat in dieser Beziehung gelehrt, dass die Concentration des Silbers im Rohstein in gewissen Grenzen bleiben muss (etwa 0,16 bis 0,2% Ag), wenn kein zu bedeutender Silberverlust entstehen soll. Es bleiben nämlich stets Rohsteintheilchen in der Schlacke mechanisch eingemengt; je reicher also der Rohstein, um so grösser der Silberverlust in der Schlacke.

Dieser Umstand macht auch eine Concentration der Rohsteine häufig unvortheilhaft. Bei Antimon und Arsen enthaltenden Erzen können grössere Silberverluste durch Verflüchtigung entstehen.

Um ein richtiges Verhältniss herstellen zu können, ermittelt man zunächst durch die Ansiedeprobe den Silbergehalt der Erze und Zuschläge und durch die Rohsteinprobe die Menge Rohstein, welche der Zuschlagskies etc. zu geben vermag.

Rohsteinprobe.

Die Rohsteinprobe[2]) wird in der Weise ausgeführt, dass man 1 Probircentner Erz zu unterst in eine Bleitute (Bd. I. Taf. II. Fig. 29), darauf 2—3 Ctr. Boraxglas, darauf 1—2 Ctr.

1) Freib. Jahrb. 1848. S. 78 und 80.

2) Klasek in Rittinger's Erfahrungen 1857 und B. u. h. Ztg. 1859. S. 147. Oest. Ztschr. 1856. S. 41, 145, 281. Bodemann-Kerl's Probirkunst. 1857. S. 502.

metallfreies Glas und zu oberst $1\frac{1}{2}$—2 Ctr. Kochsalz mit einem Kohlenstückchen thut und die bedeckte Tute im Windofen $\frac{1}{2}$—$\frac{3}{4}$ Stunde schmilzt. Sind Metalloxyde und schwefelsaure Salze vorhanden, so setzt man zum Erz 4—10 Pfd. Kolophonium oder Kohlenstaub. Bei sehr aciden Erzen gibt man auch wohl noch einen Zuschlag von Kalkstein und Flussspath. Die Schlacke, von Metalloxyden meist grün gefärbt und glasig, muss gut geflossen sein und sich von dem spröden Regulus leicht trennen, welcher letzterer nach dem Auswägen zerschlagen und nach seinem Bruchansehen auf die Anwesenheit gewisser, die Roharbeit beeinträchtigender Beimengungen angesehen wird. Ein fast nur reines Schwefeleisen enthaltender König läuft bei speisgelber Farbe auf dem Bruche rasch an und zerfällt bald in Folge eines Gehaltes von Schwefelnatrium, welches in $\dot{N}a\ddot{S}$ und SH übergeht. Ein mehr schwarzgrauer, halbmetallischglänzender, blättriger oder strahliger, an der Luft gar nicht oder wenig zerfallender Stein deutet auf einen Zinkblendegehalt, welcher sehr hoch ist, wenn sich die Schlacke ganz mit Blende durchzogen zeigt und ein zu kleines eckiges oder gar kein gesondertes Rohsteinkorn erfolgt. Durch starken Boraxzusatz und hohe Temperatur sucht man einen nicht zu grossen Zinkblendegehalt unschädlich zu machen, sowie durch einen Zuschlag von $\frac{1}{2}$—1 Pfd. metallischem Kupfer als Draht oder Feilspäne zu gerösteten und von 2 Pfd. bei rohen Erzen die Ansammlung des Leches zu erleichtern (Przibram). Schwefelblei ertheilt dem Stein eine mehr oder weniger weissgraue Farbe und einen blättrigen Bruch. Hat sich bei gerösteten Erzen Blei ausgeschieden, so wiegt man den Lechregulus, zerkleint ihn, scheidet das Blei aus und zieht dessen Gewicht, sowie das des etwa zugeschlagenen Kupfers von dem Gewicht des Königes ab, um den Lechgehalt zu finden. Kupferkies erzeugt eine messinggelbe Farbe bei raschem Anlaufen der Bruchstücke, Halbschwefelkupfer eine blaugraue Farbe, ein feines Korn und grosse Sprödigkeit. Arsen- und Schwefelmetalle geben zusammen einen speisigen Stein, wenn letztere vorwalten, im entgegengesetzten Falle Stein und Speise getrennt.

Durch die genannten Beimengungen erleidet der Werth der Kiese als Extractionsmittel fürs Silber bedeutende Modificationen, weshalb es erforderlich werden kann, die einzelnen Metalle auf analytischem oder theilweise massanalytischem Wege zu bestimmen.[1])

chwefelbe-
nmung auf
ssem Wege.

Zur genaueren Bestimmung des Schwefelgehaltes in Kiesen wendet man an mehreren Orten [Freiberg, Lend[2]) etc.] eine massanalytische Methode an, indem man denselben in Schwefelsäure verwandelt und diese mit einer titrirten Chlorbariumlösung fällt (II. 68). WILDENSTEIN[3]) hat die Genauigkeit dieser Probe dadurch erhöht, dass derselbe das überschüssig zugesetzte Chlorbarium durch chromsaures Kali zurücktitrirt. Von ANTHON[4]) sind mehrere Methoden zur Prüfung der Schwefelkiese neuerdings angegeben.

ohsteinge-
t der Roh-
schickung.

Am zweckmässigsten hat sich ein Rohsteingehalt zwischen 30- und 50% in der Rohbeschickung erwiesen und es kommt bei Bildung derselben darauf an, dieses Verhältniss durch zweckmässige Gattirung kiesiger Erze oder durch besondere Kieszuschläge herzustellen. Sind die Erze zu kiesig, so müssen sie vor dem Rohschmelzen etwas abgeröstet werden. Selten ist der Kies ganz rein, ein Silbergehalt desselben ist erwünscht. Ein Kupferkiesgehalt ist eines Theils erwünscht, weil er dem Schwefelkiese eine stärkere Kraft in Betreff des Silberansammelns ertheilt und sich wegen seiner grösseren Cohäsion besser von der Schlacke trennt. Dagegen lässt sich kupferhaltiger Rohstein durch Blei schwerer entsilbern. — Arsenkies und Zinkblende in bedeutenden Mengen wirken schädlich, sie schwächen die Ansammlungskraft des Schwefeleisens, ersterer bewirkt durch die Flüchtigkeit des Arsens Silberverlust, letztere macht das Schmelzen streng. Auch wirkt ein bedeutender Zinkgehalt auf alle nachfolgenden Prozesse störend ein, die Schlacken werden strengflüssiger, es bilden sich zinkische Ofenbrüche etc. Bei Mangel an Kiesen zur Rohsteinbildung

1) HAUCH in Oest. Ztschr. 1857. S. 135.
2) Oest. Ztschr. 1862. S. 306.
3) B. u. h. Ztg. 1863. S. 6.
4) B. u. h. Ztg. 1862. S. 220.

hat man dieselben wohl durch Schwerspath, der in den Erzen vorkommt, theilweise ersetzen müssen (Altaische Hütten). Das dabei gebildete Schwefelbarium geht theilweise in den Stein, macht denselben specifisch leichter und schwieriger von der Schlacke trennbar und hält bei der nachfolgenden Verbleiung Silber und Gold zurück. AIDAROW[1]) schmilzt deshalb schwerspäthige Erze zur Abscheidung des Baryts mit Eisenerzen zusammen und setzt den dabei erfolgenden Stein nach gehöriger Röstung mit neuen Silbererzen durch, wobei der übermässige, einen Stein von geringem Halte nach sich ziehende Verbrauch an Eisensteinen vermindert wird und Rohsteine mit doppeltem Silbergehalt erfolgen.

Man hat mit mehr oder weniger günstigem Erfolge in Sibirien[2]) und Tyrol[3]) versucht, silberarme schwerspäthige Erze dadurch anzureichern, dass man dieselben mit Kohle glüht und das gebildete Schwefelbarium mit Wasser auslaugt.

Schlackebildung

b) Beschicken in Rücksicht auf Schlackenbildung. Erfahrungsmässig hat man eine Eisenoxydul und Kalk enthaltende, sich dem Bisilicat nähernde Schlacke für die Roharbeit am vortheilhafteten gefunden, weil sich dabei der Rohstein am besten zu Boden senkt, ohne dass die Schlacke zu rasch erstarrt. Ausserdem erhöhen höher silicirte Schlacken den Brennmaterialaufwand, niedrig silicirte erfordern bei quarzigem Schmelzgut verstärkte Zuschläge und in Folge dessen ebenfalls mehr Brennstoff, sowie auch mehr Arbeitslöhne.

Die Freiberger Rohschlacken sind z. B. Verbindungen von Bi- und Singulosilicaten (Analysen: II. 852), die von Lend Bisilicate von der Formel $x(\dot{C}a, \dot{M}g, \dot{F}e)^3 \dddot{S}i^2 + \bar{\bar{A}}l \dddot{S}i^2$ oder $5(\dot{C}a, \dot{F}e) \dddot{S}i + 7(\dot{C}a, \dot{M}g, \dot{F}e)^3 \dddot{S}i^2 + \bar{\bar{A}}l \dddot{S}i$.

Je nachdem nun die Erze sauer oder basisch sind, müssen Zuschläge von Kalkstein und oxydirtem Eisen (gerösteten Kiesen oder Lechen, eisenreichen Schlacken) oder von quarzigen Erzen und kieselerdereicheren Schlacken ge-

1) Bgwfd. XVIII, 69.
2) Oest. Ztschr. 1862. Nr. 49, 50. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 114.
3) Oest. Ztschr. 1863. Nr. 1. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 269.

geben werden, wobei analytische Untersuchungen der schlackengebenden Bestandtheile das Beschicken wesentlich erleichtern [Lend].[1])

Nach SAMUELSEN findet in Kongsberg bei der Roharbeit eine Bildung von Eisensauen um so mehr statt, je mehr Kies man zuschlägt. Es soll sich nach Demselben alsdann Schwefelkohlenstoff in reichlicher Menge entwickeln, welcher als eins der kräftigsten Reductionsmittel oxydirtes Eisen reducirt und zu $Fe^3 S$ schwefelt, welches letztere sich dann in $Fe^2 S$ und Fe zerlegt. Desgleichen reducirt der Schwefelkohlenstoff auch Ca, Si etc. und verwandelt diese Stoffe in Schwefelmetalle.

schmelzen. 2) Das Rohschmelzen. Bei einer richtig zusammengesetzten Beschickung verbinden sich die basischen Erden ($\dot{Ca}$, $\dot{Mg}$, $\bar{Al}$) und die schwerer reducirbaren Oxyde ($\dot{Fe}$, $\dot{Mn}$, $\dot{Zn}$) mit der Kieselsäure zu einer Schlacke, während die unzersetzten oder aus schwefelsauren Salzen reducirten Schwefelungen des Fe, Mn, Cu, Zn, Sb, As etc. das Silber aufnehmen und einen Stein bilden. Aus leichter reducirbaren Metalloxyden treten deren Metalle mit dem überschüssig vorhandenen Schwefel in Verbindung. Schwefelzink geht theils in den Stein, theils als solches oder das Zink als Oxyd in die Schlacke, theils erzeugen sich zinkische Ofenbrüche (I. 784) und im Flugstaub condensirter Zinkrauch.

melzöfen. Das Schmelzen kann geschehen:

a) in Schachtöfen, nach Art der Sumpföfen zugemacht, bald ein-, bald mehrförmig, mit oder ohne Flugstaubkammern, welche sich wegen des erforderlichen lebhaften Gebläses empfehlen.[2]) Zweiförmige Oefen mit oder ohne Schachtscheider gestatten, wie Versuche in Freiberg ergeben haben, eine grössere Production sowie eine Ersparung an Arbeitslöhnen und Brennmaterial gegen die einförmigen. Das Schmelzen geschieht mit kurzer oder ganz ohne Nase (Lend). Die Höhe der Oefen richtet sich nach der Strengflüssigkeit der Beschickung, dem Zinkgehalt der Erze, der

---

1) Oest. Ztschr. 1862. S. 305.
2) Oest. Ztschr. 1854. S. 258.

Beschaffenheit des Brennmaterials etc. Die innere Gestalt der Oefen nähert sich bald derjenigen der VOGL'schen Bleiöfen (II. 108), nur sind die Rohöfen um einige Zoll kürzer und enger gemacht (früher in Freiberg), bald haben sie zur Erhöhung der Temperatur wie die Eisenhohöfen eine Rast (Lend, Taf. I. Fig. 6 u. 7), bald gerade Wände (Ungarn).

Die Oefen müssen die Erzeugung einer hohen Temperatur zulassen und behuf grösserer Production einen passend erweiterten Schmelzraum besitzen.

Erhitzte Gebläseluft[1]) trägt zu einer Brennmaterialersparung bei und lässt ein grösseres Durchsetzquantum, sowie längere Schmelzcampagnen zu (Kongsberg, früher in Freiberg).

b) in Flammöfen, welche z. B. in Freiberg vor den Doppelöfen nachstehende Vortheile gezeigt haben: ein fast um das Dreifache grösseres Durchsetzquantum unter Ersparung von Brennmaterial und Löhnen, einen zulässigen grösseren Zusatz von blendigen Erzen, die Anwendbarkeit der strengflüssigsten Erze und Ersparung an Kieszuschlag, indem im Flammofen weniger Schwefel verloren geht, als im Schachtofen. Bei einem vergleichenden Versuche ergab der Flammofen an 15% Geldgewinn, der Schachtofen nur 5%. Bei blendigen Erzen ist aber der im Flammofen erzeugte Rohstein zinkreicher, als aus dem Schachtofen, weshalb die blendigen Zuschlagserze vollständiger abgeröstet werden müssen (II. 202).

Schmelzproducte.

Als Producte erfolgen beim Schmelzen hauptsächlich:

a) Rohstein von der (Bd. I. S. 746) angegebenen Zusammensetzung. Derselbe kommt entweder nach vorheriger Röstung direct zur Verbleiung oder wird zur Anreicherung des Silbergehaltes zuvor noch concentrirt (Lend). Behuf dieser Concentration der Rohleche (Anreichschmelzen) werden dieselben zunächst in Stadeln nicht zu stark (etwa in 3 bis 4 Feuern) abgeröstet, wobei sich schwefel-, arsen- und antimonsaure Salze und namentlich oxydirtes Eisen bilden und ein Theil der Schwefel-, Antimon- und Arsenmetalle unzersetzt

1) MERBACH, Anwend. d. erhitzten Gebläseluft. 1840. S. 111.

bleibt. Wird nun das Röstgut einem reducirenden und solvirenden Schmelzen mit einer so hinreichenden Menge kieselerdehaltiger Substanzen (Quarz, Rohschlacken, kieseliger Erzen) unterworfen, dass ein Gemenge von Singulo- und Subsilicatschlacken (etwa 10 $\dot{R}^6\bar{S}i$ + $\dot{R}^3\bar{S}i$) entsteht, so erhält man unter Verschlackung hauptsächlich von Eisen einen kupfer- und silberreicheren, aber eisenärmern Stein (Concentrationsstein, Anreichlech). Bei einer höher silicirten Schlacke würde sich bei der zu ihrer Schmelzung erforderlichen höheren Temperatur Eisen unter Bildung von Eisensauen reduciren, auch dasselbe bei Bildung einer Subsilicatschlacke wegen Mangels an Kieselsäure eintreten und gleichzeitig eine unvollkommene Separation des Steines stattfinden. Antimon- und arsenhaltige Erze geben bei zu weit getriebener Röstung oder einer zu eisenreichen Beschickung oder bei zu starker Windpressung einen sehr hitzigen, funkensprühenden Stein, aus welchem sich eine meist an edlen Metallen reiche Speise abscheidet, welche sich trotz starker Röstung nur unvollkommen entsilbern lässt.

Zuweilen schlägt man beim Concentriren silberreichere Erze zu (Kongsberg, Niederungarn).

Man muss sich hüten, die Concentration des Steins zu weit zu treiben, weil sonst wegen des anhaftenden reichen Steins zu reiche Schlacken entstehen. Diese Nachtheile haben z. B. in Freiberg die versuchte Steinconcentration [1] in Schacht- und Flammöfen nicht zur Einführung kommen lassen (Analysen von Freiberger Concentrationsstein und Schlacke Bd. I. S. 747, 853).

b) Rohschlacken (S. 67) werden wegen ihres sauren Characters zu Bausteinen und als Solvirungsmittel bei späteren Steinarbeiten benutzt, sonst abgesetzt.

c) Flugstaub geht wegen seines Silbergehaltes ins Roh- oder Concentrationsschmelzen zurück.

d) Zinkische Ofenbrüche (I. 784) werden abgesetzt oder auf Zink benutzt.

§. 15. Beispiele für die Roharbeit in Schachtöfen.

---

1) Freiberg. Jahrb. 1845. S. 56; 1846. S. 111.

Kongsberg

1) Kongsberg in Norwegen.[1]) Arme Schliege mit $1^1/_2$–4 Lth. und Schlämme mit 1 Lth. Silber im Centner werden mit Flugstaub und Ofenbruch von der vorigen Campagne, mit Frischschlacke von einer der folgenden Arbeiten und der erforderlichen Schwefelkiesmenge in einem 14 Fuss hohen Ofen mit grossem Vorherde bei kurzer Nase und heissem Wind von 190° C. mit 3,5 Zoll Quecksilberpressung auf Rohstein mit 8—10 Lth., Flugstaub mit 2 Lth. und absetzbare Schlacke mit $^1/_8$—$^1/_{16}$ Lth. Ag durchgesetzt. Behuf Erhitzung des Windes circulirt derselbe in einem Formkasten, dessen vordere, dem Ofen zugewandte, nach unten etwas zurückgeneigte Seite durch eine zweckmässige Vorrichtung vor zu schneller Zerstörung durch die Hitze geschützt ist. Die von HERTER (B. u. h. Ztg. 1855. S. 105) gelieferte bildliche Darstellung der Form (I. 431, Taf. VIII, Fig. 193) ist nicht ganz richtig. 2 Formen liegen in der Hinterwand, 1 in der Vorderwand. Der Rohstein vom Jahre 1859 enthält durchschnittlich 29.969 S, 63.525 Fe, 2.500 Cu, 1.013 Zn, 0,329 Ag, 0.146 Ni, 0.128 Co, 0.148 Mn, 0.046 Se, As u. Sb nicht bestimmt. Derselbe wird nach vorheriger Concentration in Blei eingetränkt.

Im Jahre 1859 erzeugte man aus 15563 Ctr. Schlieg und Schlamm, 5650 Ctr. Schwefelkies und 11600 Ctr. Frischschlacke an 5404 Ctr. Rohstein mit $10^1/_2$ Lth. Ag, 969 Ctr. Flugstaub und 26800 Ctr. Rohschlacke. Von dem Gesammtsilbergehalt der Beschickung (3900 Mark) gingen 91% in den Rohstein, 3,7% in den Flugstaub und 5,3% in die Schlacke. Bei einer 130tägigen Schmelzcampagne verbrauchte man 1364 Lasten à 12 Tonnen à 9000 rhl. Cbfuss = 44 Pfd. norw. Holzkohlen. Man verschmolz in 24 Stunden 253,4 Ctr. Beschickung (ohne Flugstaub), davon 112,3 Ctr. Schliege und zwar mit 1 Tonne Kohlen 201 Pfd. Beschickung, wovon 45% Schlieg.

Lend.

2) Lend im Salzburgischen.[2]) Die zu Böckstein und Rauris[3]) in Gneiss, Chlorit, Glimmerschiefer, Quarz und

1) Handschriftliche Mittheilungen des Bergingenieurs STAHLSBERG. Sonstige Citate S. 56.
2) Oesterr. Ztschr. 1862. S. 297. B. u. h. Ztg. 1862. S. 424.
3) COTTA, Erzlagerstätten II, 318.

Kalkspath mit Blende, Eisenkies und Arsenkies einbrechenden, Silber und Gold enthaltenden Geschicke mit sehr verschiedenem Gold-, Silber- und Rohsteingehalt werden bei ihrem Ueberschuss an Kieselerde mit soviel basischen, eisenoxydulreichen Schlacken späterer Manipulationen, Kalkstein und nicht hinlänglich entsilberter oder entsilberter kupferarmer gerösteter Leche beschickt, dass eine Schlacke von der angegebenen Formel (S. 67) mit 51.02 $\ddot{S}i$, 2.16 $\ddot{A}l$, 15.4 $\dot{C}a$, 19.75 $\dot{F}e$, 8.57 $\dot{M}g$ und geringen Mengen As, $\dot{M}n$, $\dot{Z}n$, $\dot{C}u$ und S entsteht.

Beschickungen von 150—200 Ctr. werden in einem Sumpfofen (Taf. I. Fig. 6 u. 7) mit zwei 2 Z. über einander liegenden Formen von 7,04 Q. Z. Weite verschmolzen; die Windstrahlen kreuzen sich in $^2/_3$ der Ofentiefe, also 12 Z. hinter der Brustmauer. a Sumpf. b Vorherd. c Formen. d Stechherde. e Flugstaubkammern. Der Ofen dient auch für die nachfolgenden Verbleiungsarbeiten, wird dann aber im Gestell 10—12 Z. weiter und die Gestübbebrust kleiner gemacht.

Man setzt auf 5 Cbfuss Kohlen 180 Pfd. Beschickung, welche aus Gichthunden über den ganzen Querschnitt des Ofens ausgebreitet wird, bläst mit 6 Lin. Quecksilberpressung und schmilzt mit hellen Formen ganz ohne Nase. Bei einem Kohlenverbrauch von 3,4 Cbfuss pro Ctr. Beschickung verschmilzt man in 24 St. 175 Ctr. Beschickung und hat bei einem Durchschnittsgehalt von 470 Ass (1 Ass = 0,0001 Münzpfd. = 0,05 Gramm) güldischem Silber höchstens 0,26% Metallabgänge von der Anlage. Es fallen etwa 40—45% von der Schmelzmasse Rohstein mit 55.1 Fe, 4.3 Cu, 3.7 Zn, 2.1 Pb, 0.8 Ni, 1.2 Ca, 1.3 As, 1.2 Sb und 27.9 S. Die Schlacke von der angegebenen Zusammensetzung ist grauschwarz, wenn sie steinig, und blau bis bouteillengrün, wenn sie glasig ist, zähe, erstarrt langsam, ist beinahe metallfrei und dient bei späteren Arbeiten als Zuschlag.

Behuf Concentration des Rohsteins wird derselbe in Quantitäten von 500 Ctr. in 3—4 Feuern in Stadeln so weit abgeröstet, dass er höchstens 40% Lech gibt und mit

kieseligen Schlammschliegen und gepochtem Quarz in dem Rohofen mit 10—12 Z. weiterem Gestell bei nur 2 Lin. Quecksilberzuschlag und 200 Pfd. Satz auf 5 Cbfuss Kohlen verschmolzen. Bei 0,1% Metallabgang hält der Anreichlech etwa 2600 Ass güldisches Silber per Ctr., es gehen auf 1 Ctr. Beschickung 2½ Cbfuss Kohlen und man verschmilzt von letzterer 220 Ctr. in 24 Stunden. Der Anreichlech wird mit bleiischen Producten zusammengeschmolzen (siehe später), die Schlacke von der Zusammensetzung $\dot{K}^6 \bar{Si} + 10 \dot{K}^3 \bar{Si}$ aber abgesetzt.

Niederunga

3) Niederungarische Hütten[1] (Schemnitz, Kremnitz, Neusohl, Zsarnowitz). Man gattirt 10—22% Dürrerze (II. 205) mit 0,105—0,140 Mzpfd. güld. Ag, (bei Mangel daran statt ihrer lecharme Schliege), 20—30% Silberschliege mit 0,002—0,140 Mzpfd. Ag und 70—50% lechreiche Kiesschliege mit 0,002—0,101 Mzpfd. Ag nebst Rohkrätzen und Flugstaub zu einem Durchschnittsgehalt von 0,040 bis 0,067 Mzpfd. Ag per Ctr. Trockengewicht, während der Goldgehalt nach dem der disponibeln Geschicke variirt. Die kieselige Beschaffenheit der Geschicke erfordert einen Zuschlag von 10—20% Kalkstein und 50—80% basischer Schlacke von den Verbleiungsarbeiten.

Der 2förmige Sumpfofen[2]) mit trapezoidalem Querschnitt hat nachstehende Dimensionen: Höhe 22 Fuss, Weite hinten 60 Z., vorn 36 Z., Tiefe 50 Z., Höhe der Formen über der Herdsteinkante 26—28 Z., Entfernung von einander 14 Z., Neigung obere 2°, untere 1°, Einragung 6 Z., Sumpftiefe am Auge 28 Z., Aufsattlung der Brust vom Herdstein bis zum Auge 6 Z., Düsendchm. 2½ Z.; Windpressung 16 Lin.; Zumachgestübbe 2 Vol. Lehm und 1 Vol. Kohlenlösche. Man verschmilzt wöchentlich in 14 Schmelzerschichten 550 bis 700 Ctr. Erze und Schliege und braucht per 100 Ctr.

---

1) Aeltere Literatur: Karst. Arch. 2 R. IX, 405, 439. Erdm., J. f. pr. Ch. I, 193, 479. Wehrle, Hüttenkde. II, 401. —
Neueste handschr. Mittheil. des Hüttenverwalters E. v. Amon zu Kremnitz. Neumann, Stammbaum der Schemnitzer Hüttenprozesse in: Oest. Ztg. 1862. Nr. 39.
2) Oest. Ztschr. 1857. S. 332.

derselben 130—150 Maass à 6,46 Wien. Cbfuss weiche Kohlen bei 1/2—1 3/4 % Abgang an güldischem Silber.

Man erhält an Producten:

a) 20—30 % Rohleche mit 0,140—0,210 Mzpfd. güld. Ag (Analysen I. 747). Früher wurden die Rohleche unter Zusatz von Silbergefällen mit 0,105—0,175 Mzpfd. güld. Ag concentrirt und die erfolgenden Anreichleche mit 0,350 bis 0,560 Mzpfd. güld. Ag verbleit. Wegen bedeutender Metallverluste, insbesondere an Au werden die Rohleche jetzt nach 4—5maliger Verröstung sogleich der Verbleiung (siehe später) übergeben, bei welcher hinsichtlich des Bleiausbringens wesentliche Fortschritte gemacht sind. Ein Theil des Rohsteins ist durch den ZIERVOGEL'schen Prozess versuchsweise entsilbert.

b) 6—8 % Rohkrätze mit 0,030—0,120 Mzpfd. güld. Ag, wird in grobe und kleine Krätze sortirt und der nächsten Campagne zugesetzt.

c) Rohschlacken, Verbindungen von Singulo- und Bisilicaten (Analysen I. 852) mit 0,0005—0,001 Mzpfd. güld. Ag; werden abgesetzt.

d) 2—3 % Flugstaub von dem Gehalt der Schliege; wie Rohkrätze behandelt.

e) Ofenbrüche, von folgender Zusammensetzung: 30.12 Fe, 2.00 Pb, 1.26 Cu, 4.06 Zn, 0,0009392 Au, 0,028357 Ag, As u. Sb Spur, 15.34 S, 47.97 Bergarten.

4) Auf den Altaischen[1]) Hütten zu Barnaul, Pawlowsk, Loktewsk und Smejewsk werden Silbererze mit 1 3/4—2 Solotnik Silber im Pud verschmolzen. Im Pfunde aus ihnen ausgebrachtem Silber sind bis 12—24 Solotn. (3—3 1/2 %) Gold enthalten. Die nicht metallischen Begleiter, welche gegen die metallischen stark vorwalten, bestehen gewöhnlich aus Quarz und Schwerspath, welcher letztere oft mit Schiefer, Hornstein etc. vermengt ist.

Die Verarbeitung dieser Erze ist wegen ihres Gehaltes an strengflüssigen Erden und wegen Mangels an Schwefelmetallen sehr schwierig und nicht ohne bedeutende Metallverluste auszuführen. Behuf der Bildung von Rohstein muss

1) B. u. h. Ztg. 1853. S. 137. — COTTA, Gangstudien II, 477. — Privatmitth.

der Kies durch Schwerspath ersetzt werden, und hat man zur Gewinnung von letzterem die alten Halden des Schlangenberges aufbereitet.[1]) Die gewöhnliche Beschickung besteht aus:

a) 200 Pud Silbererzen, welche $^1/_3$ — $^1/_2$ schwerspäthige Erze enthalten; die Silbererze enthalten $1^1/_2$—$1^3/_4$ Sol. Silber im Pud,

b) 35—60 Pud Herdrohstein (entsilberter Rohstein),

c) 40—50 Pud Kalkstein und

d) 40—50 Pud Bleierzschlacken.

Erfahrungsmässig ist das Schwefelkupfer von den Schwefelmetallen am meisten befähigt, das Silber dem Erze zu entziehen und dem Rohsteine zuzuführen, dagegen aber gibt ein solcher Rohstein das Silber schwieriger ans Blei ab, und zwar um so unvollständiger, je reicher er an Kupfer ist. Man muss deshalb kupferreiche Producte entweder mit kiesigen Erzen oder mit einem Ueberschuss von späthigen Erzen verschmelzen, um die Rohsteinmasse höher hinauf zu bringen, oder bei Mangel an Kupfer und Ueberschuss von Schwerspath mehr kupferhaltige Rohsteine aufgeben.

Das Schmelzen geschieht in 12—16 Fuss hohen einförmigen Oefen von 3 Fuss Tiefe, $2^1/_3$ Fuss Breite hinten und 2 Fuss Breite vorn. Nach der Form zu erweitert sich der Ofen. Man schmilzt mit einer Nase, welche lang und dunkel gehalten wird. In 24 Stunden setzt man eine Schicht (400 Pud) durch; auf 100 Pud Erze gehen 4—5 Körbe Holzkohlen von 20 Pud Gewicht. Bei diesem Schmelzen erfolgen:

a) Rohstein mit 6—8 Solot. Silber. Die Rohsteine bestehen aus 25—35% Eisen, 7—15% Kupfer, 15—20% Barium, 3—8% Blei und beinahe eben so viel Zink, etwas Antimon und ausserdem enthalten die reichen Rohsteine noch 2—5% Natrium. Der Rohstein wird durch Eintränken in Blei entsilbert (S. 78).

Es ist unvortheilhaft, Rohsteine mit weniger als 6 Sol. Silber herzustellen, weil beim demnächstigen Schmelzen mit Blei ein bedeutender, der Quantität des zu verschmelzenden Rohsteines proportionaler Metallverbrand stattfindet. Bei mehr als 9 Sol. Silbergehalt wird der Silberverlust bedeutend.

---

1) Bgwfd. XVI, 1.

Je leichtflüssiger die Erze sind, desto reicher kann man den Rohstein machen.

b) Unreine Schlacken, welche vor und nach dem Abstechen erfolgen und nochmals umgeschmolzen werden.

c) Reine Schlacken mit 50—55% Kieselerde, 5—15% Baryterde, 7—20% Kalk, 10—18% Eisenoxydul, 2—4% Thonerde und geringen Mengen $\dot{M}g$, $\dot{P}b$, $\dot{C}u$, $\dot{K}$ und $\dot{N}a$. Es sind gewöhnlich Trisilicate oder Gemenge von Bi- und Trisilicaten; kommen zum Verschmelzen der silberhaltigen Bleierze. GUERNGROSS[1]) hat aus Rohschlacken durch Aufbereitung denselben eingemengten Rohstein mit Vortheil ausgezogen.

d) Flugstaub, zu dessen Condensation verschiedene Versuche angestellt sind.[2])

§. 16. Beispiele für die Roharbeit in Flammöfen.

Freiberg.

Hierher gehört hauptsächlich das Verfahren in Freiberg. Früher wurden die silberarmen Dürrerze mit kiesigen Erzen und Bleierzschlacken in einförmigen, dann in Doppelöfen (S. 68) auf Rohstein verschmolzen. Seit 1847 ist aus angeführten Gründen (S. 69) das Schachtofenschmelzen dem Flammofenschmelzen gewichen und zwar bei Zuschlag von Bleierzschlacken (II. 199).

Zweites Kapitel.

Bleiarbeit mit silberhaltigen Lechen.

Schmelzmethoden.

§. 17. Allgemeines. Die Entsilberung von Roh-, Kupfer- und Bleisteinen kann geschehen durch Behandlung derselben im ungerösteten Zustande mit metallischem Blei (Eintränken, hydrostatisches Schmelzen) oder durch Verschmelzen der gerösteten Leche mit gerösteten oder rohen Bleierzen oder bleiischen Producten vom Abtreiben. Bei Anwesenheit von Kupfer im Eintränkblei (Kongsberger Prozess) oder durch Zuschlag von Schwarzkupfer wird die Entsilberung begünstigt, indem das Kupfer unter

1) B. u. h. Ztg. 1852. No. 31.
2) Bgwfd. 1853. S. 417.

Ausscheidung von Silber aus Schwefelsilber in den Stein geht (Kupferauflösungs- und Abdarrprozess).

A. Entsilberung durch metallisches Blei (Eintränkarbeit).

§. 18. Allgemeines. Dieses Verfahren beruht auf dem S. 52 angeführten Verhalten des metallischen Bleies zum Schwefelsilber, welches letztere von ersterem unter Bildung von Schwefelblei zersetzt wird. Das ausgeschiedene Silber geht in das überschüssig vorhandene Blei. Diese Entsilberung findet um so vollkommener statt, in je innigere Berührung man den geschmolzenen Stein mit dem flüssigen Blei bringt; vollständig ist jedoch die Zerlegung nie, und es ist nur möglich, den Silbergehalt durch wiederholte Behandlung des Steins mit frischem Blei so weit auszuziehen, dass er die Schmelzkosten und den Bleiverlust deckt und eine Saigerung der aus dem Stein erzeugten Schwarzkupfer unnöthig wird.

Theorie.

Dieses Verfahren findet hauptsächlich da Anwendung, wo es an Brennmaterial und Bleierzen mangelt, um ein directes Schmelzen mit letzteren vornehmen zu können. Durch Schmelzen des Rohsteins mit Bleierzen etc. im Schachtofen findet, weil das Blei im *statu nascenti* die grösste Verwandtschaft zum Silber und Gold besitzt, eine vollständigere Entsilberung desselben, aber mit mehr Blei- und Kupferverlust statt, als durch Behandlung desselben bei niedrigerer Temperatur mit metallischem Blei.

Anwendbarkeit dieser Methode.

Die Entsilberung durch letzteres ist um deswillen unvollständiger, weil man nicht im Stande ist, den Stein längere Zeit mit dem flüssigen Blei in Berührung zu erhalten.

Der Kupfergehalt des Werkbleies vom Eintränken ist geringer, als der im Werkblei vom Verschmelzen des gerösteten Steines mit Blei oder Glätte im Schachtofen.

Der geschmolzene Stein wird gewöhnlich mit flüssigem Blei in einem Herde umgerührt (Eintränkarbeit); alle Versuche den flüssigen Stein nach dem Verfahren von GREN (hydrostatisches Schmelzen, Schmelzen durch die Bleisäule) in dünnen Strahlen im flüssigen Blei aufsteigen

zu lassen, führten in Müsen[1]) und auf den Altaischen[2] und Oberharzer Hütten[3]) nicht zu dem gewünschten Re sultate hinsichtlich des Grades der Entsilberung.

Der Rohstein wird behuf des Einträkens entweder in Herden besonders umgeschmolzen (Altaische Hütten) oder man benutzt gleich den beim Concentriren erfolgenden flüssi gen Stein zum Einträuken (Kongsberg).

§. 19. Beispiele für die Entsilberung der Lech durch Einträkarbeit.

Altai. 1) Altaische Hütten.[4]) Der Rohstein (S. 75) mi 6—8 Sol. Ag wird in Quantitäten von 150 Pud in Herden von etwa 4½ F. Durchmesser und 3 F. Tiefe (Skizze Taf. I Fig. 12. 13) mit Gebläse über Kohlen eingeschmolzen. Nach dem Einschmelzen wird die Schlacke abgezogen, die Ober fläche wieder mit glühenden Kohlen bedeckt und den 3 For men gegenüber 50 Pud Blei in kleinen Barren auf di Kohlen gesetzt. Das Blei schmilzt, durchdringt den Stein sammelt sich auf dem Boden des Herdes, wird durch Ein stecken grüner Holzstäbe mit dem Stein wiederholt in innig Berührung gebracht und dann absetzen gelassen. Der Herd ist an 3 Seiten und nach oben geschlossen und an de einen Seite offen. Der aus Gestübbe geschlagene Sump *a* ist an der Vorderseite durch eine Eisenplatte *b* mit über einander befindlichen Stichöffnungen geschlossen, i welche mit einem Handgriffe versehene eiserne Stopfen eingesteckt werden. Das obere Loch dient nur zur Reserve wenn im unteren etwa der Stopfen abbrechen sollte. E liegen immer 2 Herde neben einander und wird aus denselbe gleichzeitig durch Herausziehen des Stopfens aus der untere Stichöffnung das Blei durch 2 convergirende gusseisern Rinnen *c* und *d* bei *e* zusammengeführt. Dasselbe ergiesst sich dann in eine um den Zapfen *f* drehbare Pfanne *g* un durch deren Rinne *h* in bogenförmig aufgestellte Formen *i*

1) Erdm., J. f. ök. Chem. XVI, 48. Lampad., Fortschr. 1839. S. 7[illegible] Karst., Met. V, 520. Wehrle, Hüttenkde II, 418.
2) B. u. h. Ztg. 1846 S. 403.
3) Kerl, Oberharzer Hüttenprozesse. 1852. 1. Aufl. S. 196.
4) Nach Privatmittheilungen.

Soll Stein abgelassen werden, so dämmt man die Rinnen *c* und *d* bei *m* mit Lehm ab, öffnet den Stich und lässt ersteren seitlich durch die Rinnen *n* in den Stechherd *o* gelangen, wo sich noch Werkblei absetzt, und von da in das gusseiserne Bassin *p*, woraus man den Stein in dünnen Platten erhält. Derselbe wird dann noch 3—4 Mal auf gleiche Weise mit 50 Pud Blei behandelt, bis sein Gehalt auf $1\frac{1}{2}$ bis $1\frac{3}{4}$ Solotnik herabgegangen. Die Werke von der ersten Verbleiung kommen mit 14—18 Sol. zum Abtreiben, die von der zweiten mit 9—11 Sol. zur ersten und die vom dritten mit 4—6 Sol. zur zweiten Verbleiung. Man macht in 24 St. in jedem Herd 3 solcher Entsilberungen. Der entsilberte Rohstein geht theils in die Roh-, theils in die Bleiarbeit zurück.

Früher wurde nach SOKOLOWSKY[1]) behuf vollständigeren Silberausbringens der Stein gleich aus dem Rohofen im geschmolzenen Zustande in die Eintränkherde geleitet; man vermochte dabei aber nur 30—40 Pud Rohstein auf einmal von 2 Rohöfen zu entsilbern, während man jetzt 150 Pud auf einmal in Arbeit nimmt.

Der zeither nicht gewonnene Kupfergehalt der Leche wird nach FILEW[2]) dadurch concentrirt, dass man dieselben mit Silbererzen verschmilzt, wobei deren Silber- und Kupfergehalt von den Steinen aufgenommen wird. Beim Ausziehen des Silbers durch 2maliges Eintränken wird der Kupfergehalt noch erhöht und die so angereicherten entsilberten Steine auf Schwarzkupfer verschmolzen.

2) Kongsberg. Der Rohstein (S. 71) wird nachstehenden Operationen unterworfen. Kongsbe

a) Eintränken des Rohsteines. Derselbe wird in Stücken von etwa 2 Cbzll. Grösse in Stadeln von 1000 Ctr. Inhalt mit 4 Feuern zugebrannt, mit den reichern Schlieg- und Schlammsorten mit 10—15 Lth. Silber nebst Flugstaub vom Verbleien des entsilberten Bleisteins mit 10—12 Lth. Ag im Hohofen concentrirt und der flüssige Concentrationsstein im Stechherd in Werkblei mit 4—10 Mark Ag umge-

1) B. u. h. Ztg. 1845 S. 401; 1858 S. 160.
2) Oest. Ztschr. 1868. No. 11.

rührt, welches nach der Anreicherung bis zu 24—30 Ma Ag abgetrieben wird. Im Gegensatz zum Rohschmelz (S. 68) wächst nach SAMUELSEN die Eisensauenbildung m der Verringerung des gerösteten Rohsteins, ein grösserer Z satz davon löst gebildete Sauen weg. Es vermag nämli ein Theil Kohle nur eine gewisse schmelzende und red cirende, Eisensauen bildende Wirkung auszuüben. Nimm man mehr schwefelhaltigen Rohstein, so bleiben dess Schwefelmetalle unzersetzt und ihr Schwefelgehalt übt ein lösenden Einfluss auf bereits gebildete Sauen aus, gleichzeit bilden sich strengflüssige, Eisenoxyd enthaltende Schlacke aus denen sich der Stein schwieriger absetzt, weshalb m eine geringe Lage Eisensauen im Herde gern hat. Je nac dem sich Sauen bilden oder nicht, hält die Schlacke $^1/_2$ Lt oder 1 Lth. und darüber Ag. (Siehe auch II. 174.)

Als Producte erhält man: Frischschlacke für d Roharbeit, Flugstaub mit 10—16 Lth. Ag und Bleistei mit 3—4 Mark Ag für die nächstfolgende Arbeit. Im Jah 1859 wurden 5404 Ctr. Rohstein nach dem Zubrennen m 5996 Ctr. reichen Schliegen und etwas Schlacke in 56 Tage oder in 24 Stunden 223,4 Ctr. Beschickung durchgesetzt; a 1 Tonne (S. 71) Kohlen kamen 175 Pfd. derselben.

b) Bleisteinentsilberung. Der Bleistein wird m Ofenbruch von der vorigen Arbeit in einem Krummofe verschmolzen und in kupferiges Werkblei mit 3—4 Ma Ag im Stechherde eingetränkt, wobei dasselbe auf 9—1 Mark Gehalt kommt und der Silbergehalt des Steins a etwa 25 Lth. herabgeht. Der Kupfergehalt des Werkblei scheidet aus dem Stein Silber aus und es entsteht ein silbe ärmerer und kupferreicherer Stein. Ein entsilberter Bleistei enthielt: 49.401 Fe, 13.572 Cu, 6.760 Pb, 0.459 Zn, 0.880 Ag 0.492 Ni, 0.295 Co, 1.714 As und Sb und 23.442 S.

Es erfolgten von obigem Steinquantum bei den Arbeite a) und b) 1015 Ctr. entsilberter Bleistein (mit 1776 Mark Ag 276 Ctr. Werkblei (mit 7185 Mark Ag) zum Abtreiben 283 Ctr. Werkblei zum Eintränken, 397 Ctr. Flugstau und 9474 Ctr. Frischschlacke. Man hat per Mark A durchschn. 1, 2 Pfd. Bleiverlust.

c) Verbleiung des entsilberten Bleisteins. Ma

brennt denselben in 2—3 Feuern zu, verschmilzt ihn mit Flugstaub von a) und mit Pulver aus den Röstmauern im Hohofen, tränkt ihn in armes, 2markiges kupferhaltiges Werkblei ein und erhöht dadurch den Gehalt des letzteren auf 18—20 Mark. Neben Flugstaub mit 10—12 Lth. Ag erfolgt Kupferstein mit 40% Cu und 3—4 Mark Ag.

d) Entsilberung des Kupfersteins. Dieser wird mit armem Werkblei von vorhergehenden Kupfersteinentsilberungen und Treibproducten mehrmals in einem Krummofen durchgestochen und zuletzt in reines Blei eingetränkt, welches man aus England ankauft und allmälig in der Reihe weiter bis zum Abtreiben aufrücken lässt. Der Kupferstein wird bis auf ½ Lth. oder noch weniger entsilbert, während das Werkblei bei jedem Umschmelzen mit Glätte 5mal und, wenn reines Blei im Stechherde vorhanden, 3mal soviel Ag, als der Stein enthält. Entsilberter Kupferstein hat nachstehende Zusammensetzung: 22.817 Fe, 38.117 Cu, 11.548 Pb, 0.830 Ni, 0.388 Co, 1.312 As und Sb, 22.561 S. Der 10—12mal geröstete Stein wird auf Schwarzkupfer verschmolzen und dieses in einem Flammofen (II. 381, 396, 842) bei Gasfeuerung gaar gemacht.

Man verliert bei sämmtlichen mit heissem Winde (S. 71) betriebenen Arbeiten im Ganzen auf 1 Mark ausgebrachtes Feinsilber 1,5—1,75 Pfd. Pb und gewinnt 0,5—1% Cu. In den Jahren 1857 und 1858 sind jährlich über 30000 Mark Ag producirt, später nur 20—25000 Mark, welche Production sich künftig noch verringern dürfte.

B. Entsilberung der Leche durch Bleierze oder bleiische Treibproducte.

Chemisc[he] Vorgäng[e]

§. 20. Allgemeines. Bei den hierher gehörigen Arbeiten soll durch Zusammenschmelzen der bleiischen Substanzen mit den silberhaltigen Lechen und auch wohl mit reicheren Silbererzen das aus ersteren ausgeschiedene Blei den Silbergehalt der letzteren aufnehmen und das in der Beschickung befindliche Kupfer sich in dem Stein concentriren, welcher zur hinreichenden Entsilberung noch wiederholter Verbleiungen bedarf. Die Entsilberung wird leichter und vollständiger erreicht, als durch Eintränken, weil das aus-

geschiedene Blei im Entstehungsmomente die grösste Verwandtschaft zum Ag und Au zeigt.

§. 21. Beispiele für die Entsilberung von Rohsteinen.

erungarn. 1) Niederungarische Hütten. Die bei der Roharbeit erhaltenen Leche (S. 73) kommen zu nachfolgenden Arbeiten:

a) Reichverbleiung. Auf 100 Ctr. einer Beschickung von 30—40% Dürrerzen (II. 206) mit 0,140 Mzpfd. güld. Ag bis zum höchsten Halt, 10—20% lechhaltigen, mit den Bleigefällen verrösteten Silbererzen mit 0,140 Mzpfd. Ag bis zum höchsten Halt und 60—40% gerösteten Bleierzen und Bleischliegen (II. 206) kamen 25—40 Ctr. 4—5feuriger Rohstein (S. 74), 15—20 Ctr. Treibproducte, ferner Reichverbleiungskrätze, Flugstaub von der vorigen Campagne und in mässigen Procenten basische Schlacken und zeitweise 1—4% Kalkstein. Den früher gegebenen kostbaren Korneisenzuschlag [1]) hat man seit 1857 ohne Nachtheil weggelassen. Die Erz- und Schliegbeschickung hält 0,150—0,245 Mzpfd. güld. Ag und 15—25 Pfd. Pb und man berechnet das Verhältniss der Bleigefälle und der zuzuschlagenden Treibproducte so, dass auf 1 Mzpfd. güld. Ag in der gesammten Erz-, Schlieg- und Productenbeschickung wenigstens 143 Pfd. Blei kommen, wovon die Treibproducte gewöhnlich 30—50% liefern.

Das Schmelzen geschieht bei 5—6 Z. langer Nase und dunkler oder halbdunkler Gicht in zweiförmigen Oefen von folgenden Dimensionen etc: Höhe 18 F., Weite hinten 48 Z., vorn 28 Z., Tiefe 46 Z., Höhe der Formen über der Herdsteinkante 14—16 Z., Entfernung derselben von einander 12 Z., obere Neigung derselben 2°, untere 1°, Einragung 5 Z., Sumpftiefe am Auge 20 Z., Aufsattlung der Brust vom Herdstein bis zum Auge 3 Z., Düsendchm. 2 Z., Windpressung 5—6 Lin., Windmenge pr. Min. 430 Cbfss.; Gestübbe 1 Vol. Lehm und 2 Vol. Kohlenlösche. Gusseiserne Schlackenrinnen [2]) haben sich wohl bewährt. Neben der entsprechend modificirten

1) Oest. Ztschr. 1857. Nr. 42; 1858. Nr. 13, 21, 34; 1859. Nr. 26.
2) Oest. Ztschr. 1857. Nr. 22.

Staub-, statt Schlackenröstung [1]) (II. 207) und der gewöhnlichen Weglassung des Korneisenzuschlages hat zur Verringerung des Bleiverlustes hauptsächlich die Umwandlung der frühern Halbhohöfen in Hohöfen [2]) beigetragen. Während man beim Verschmelzen gerösteter Bleierze gewöhnlich eine dem Singulosilicat sich nähernde Schlacke zu erzeugen sucht (II. 172), so wirkt SCHREDER [3]) beim Zsarnowitzer Schmelzprozess auf die Bildung eines Gemenges von Singulosilicat mit vorwaltendem Bisilicat von Kalkerde, Thonerde und Eisenoxydul hin, weil sich dasselbe erst nach der Reduction des Bleioxydes und schwefelsauren Bleioxydes erzeugt, daher das reducirte Blei der Verschlackung entzogen wird und das Ausbringen daran steigt. Aus diesem Grunde ist auch ein Staubrösten dem Schlackenrösten (II. 166) vorzuziehen.

Man verschmilzt wöchentlich in 14 Schichten 260—360 Ctr. Gesammtbeschickung (darunter 140—200 Ctr. Erze und Schliege) und braucht auf 100 Ctr. der rohen Gefälle 150 bis 190 Maass à 6,46 Wien. Cbfss. weiche Kohlen. Es gehen 85—95% des Ag und 95—99% des Au der Gesammtbeschickung ins Blei.

Gegen die Probe finden gewöhnlich mässige Zugänge an Ag und Au statt, der Bleiverlust variirt bei harten Kohlen zwischen 3 und 4% und ist geringer, als bei weichen.

An Producten erfolgen: 88—92% von dem Bleiinhalte der Gesammtbeschickung Reichblei mit 0,700 bis 0,800 Mzpfd. güld. Ag, zum Abtreiben; 6—12% (auf Erz und Schlieg gerechnet) Reichverbleiungslech mit 0,110 bis 0,160 Mzpfd. güld. Ag (mit nur 0,003—0,005 Mzpfd. Au in 1 Mzpfd. güld. Ag), 6—12 Pfd. Pb und 1½—5 Pfd. Cu (Analyse I. 747). Kommt zur folgenden Arbeit. Anreichschlacke mit 0,001—0,002 Mzpfd. güld. Ag und ¼—1 Pfd. Pb (Analysen: I. 852), dient als Zuschlag bei der Roh-

1) Bericht über die 2te Versammlung der Berg- u. Hüttenmänner in Wien 1862. S. 26, 93, 96.

2) Oest. Ztschr. 1857. Nr. 42. Bericht über die erste Versammlung der Berg- u. Hüttenm. in Wien 1859. S. 63. — Desgl. zweiter Bericht, S. 97.

3) Ders. Bericht 1862. S. 93.

arbeit und den Verbleiungsarbeiten; Krätze und Flu
staub werden zurückgearbeitet.

b) Reichverbleiungslechschmelzen. Behuf Uebe
führung von 80—90% vom Silbergehalte des Steins i
Reichblei und zur Anreicherung des Kupfergehaltes werd
die 2—3mal gerösteten Leche mit 10—20% quarzigen silbe
armen und möglichst goldarmen Erzen mit wenig bleiisch
Schlacke und Treibhüttenproducten verschmolzen oder st
letzterer silberarmes Blei vor jedem Abstechen grösstenthe
beim Auge in den Ofen eingetragen. Auf 1 Mzpfd. güld. A
in der Besckickung rechnet man wenigstens 286 Pfd. Pb. D
Schmelzofen gleicht im Allgemeinen dem Reichverbleiung
ofen bei folgenden Abweichungen: Neigung der Form ob
3°, unten 2°, Sumpftiefe am Auge 22 Z., Windpressu
6—7 Lin. Man verschmilzt wöchentlich in 14 Schicht
300—400 Ctr. Lech und Erz und braucht auf 100 Ctr. d
von 120—140 Maass à 6,46 Wien. Cbfss. weiche Kohle
bei einem Bleiabgang von 1—3% und mässigen Zugängen v
Ag und Au.

An Producten erfolgen: 88—95% Reichverbleiung
schmelzens-Reichblei mit 0,350—0,450 Mzpfd. A
zum Abtreiben; 20—30% Reichverbleiungslechschme
zens-Lech mit 0,060—0,100 Mzpfd. Ag, 8—10 Pfd. Pb u
8—16 Pfd. Cu, kommt zur nächsten Arbeit; Krätze wi
zurückgearbeitet; Schlacken, als Verbindungen von Su
und Singulosilicaten, halten 0,0005—0,001 Mzpfd. Ag u
1/4—1/2 Pfd. Pb, kommen grösstentheils über die Halde.

c) Lechdurchstechen. Der je nach dem Kupferge
halt 2—4mal geröstete Lech wird zur Concentration de
Kupfergehaltes und theilweisen Ausscheidung des Bleies m
saigern Schlacken in dem bei der vorigen Arbeit ange
wandten Ofen durchgestochen, wobei man in einer Woch
450—550 Ctr. Lech bei einem Aufwand von 120—140 Ms
à 6,46 Wien. Cbfss. Kohlen auf 100 Ctr., bei 2—3% Bleiabgan
und mässigen Silberzugängen verarbeitet. Es erfolgen
40—60% Lechdurchstechreichblei mit 1—1,500 Mzpf
Ag, wird nach vorheriger Saigerung abgetrieben, di
Kiehnstöcke werden beim Lechschmelzen b) zugesetzt
20—25% Lechdurchstechlech mit 0,150—0,260 Mzpf

Ag, 40—45 Cu und 5—8 Pfd. Pb, wird zur weiteren Zugutemachung an die Tajovaer Extractionshütte (II. 207,560 und hier später) abgegeben.

Lend. 2) Lend im Salzburgischen. Anreichlech (S. 73) mit 2600 Ass güld. Ag (272 Ass = 1 Loth) im Ctr. wird in 2—3 Feuern so weit zugebrannt, dass demnächst noch 50—60% Lech fallen, und mit so viel bleiischen Producten vom Abtreiben oder Blei beschickt, dass auf 1 Mzpfd. Ag 100—120 Pfd. Blei kommen. Der Ofen hat im Gestell 12 Z. mehr Länge, als der Rohofen (S. 72), und man setzt — bei nur $1^1/_2$ Lin. Pressung behuf der minderen Bleiverflüchtigung — mit $2^1/_2$% Bleiverlust und 0,1% Verlust an edlen Metallen in 24 St. 230 bis 250 Ctr. Beschickung durch; auf 1 Ctr. davon braucht man $2^1/_2$ Cbfss. Kohlen. Es gehen 75% güld. Ag ins Blei und zwar verhältnissmässig mehr Au (90%), als Ag (73%). Zur Verminderung der Bleiverschlackung erzeugt man eine Schlacke von der Zusammensetzung: $(8\ \dot{F}e^3\ddot{S}i + 3\ \dot{C}a^3\ddot{S}i + \dot{M}g^3\ddot{S}i) + 3\ \dot{F}e^6(\ddot{S}i, \ddot{A}l)$ mit 27.45 $\ddot{S}i$, 56.52 $\dot{F}e$, 10.19 $\dot{C}a$, 3.48 $\dot{M}g$, 1.25 $\ddot{A}l$.

Der erfolgende Frischlech wird, falls seine Quantität noch hinreicht, nochmals durch eine grössere Bleimenge entsilbert und die Reichwerke abgetrieben. Ist der Lech soweit entsilbert, dass er auf 1 Ctr. darin enthaltenes Cu höchstens 700 Ass Ag enthält, so wird er schwach geröstet und auf Concentrationsstein mit 40—50% Cu und silberhaltige Speise verschmolzen, welche letztere dem Silberprozess übergeben wird, während man den Stein auf Schwarzkupfer verschmilzt.

In den Jahren 1859—1862 wurden vom aufgebrachten edlen Metall 81,825% ausgebracht, 18,175% blieben in den Hüttenproducten; Bleiabgang 8,275%.

Freiberg. 3) Freiberg. Man verschmilzt den gerösteten Schlackenrohstein (II. 200, IV. 76) in der Weise mit gerösteten Bleierzen und Zuschlägen, wie in Bd. II, S. 192 näher angegeben worden. Es mögen hier noch folgende in einem der letzteren Jahre erfolgte Resultate bei den verschiedenen Schmelzprozessen Platz finden.[1])

1) Handschriftliche Mittheilungen des Hütteningenieurs Stetefeld.

Man unterscheidet eine **arme** und **reiche Bleiarbe** welcher letzteren die reichen Dürrerze ungeröstet zugethe werden, so dass Werke mit bis 200 Pfdthln. Ag fallen, welc direct zum Treiben kommen. Ohne Einfluss auf das Silb ausbringen hat man neuerdings die Vorschläge von Trei hüttenproducten bei der Bleiarbeit weggelassen, dageg bei Flussspathzuschlag ärmere Schlacken, als ohne solch erhalten. Der Schwefelgehalt der abgerösteten Bleierzt schickung darf 5% nicht übersteigen, kommt aber zuweil auf 3—4% herab; er beträgt in englischen Oefen 6—8, ungarischen 4—5, in den älteren combinirten Muffel- u Flammöfen 5,366, in den neueren mit durchbrochenen Mı feln, welche weniger Brennmaterial erfordern, 5,284%. I Zuschlagserze werden bis auf 8—9% Schwefel abgeröst Die combinirten Oefen gestatten eine vollständigere Abröstun als die englischen Flammöfen, erfordern aber mehr Bren material. Man braucht zum Rösten von 1 Ctr. Bleierzt schickung 0,1837 Ctr. Braun- und Schieferkohlen, zu Dü und Kupfererzen 0,233 Ctr. und zu Zuschlagserzen 0,2224 C Zuschlagserze mit 2 Pfdthln. Ag geben im combinirten Rö ofen 18,9%, solche mit 2,5 Pfdthln. Ag 6,04% Silberverlu in letzterem Falle wohl so gering wegen der unvollkomm neren Röstung, indem die Erze resp. bis auf 7 und 13% abgeröstet waren. Da sich der Flugstaub, welcher hiert nicht in Rechnung gezogen, im combinirten Ofen besser g winnen lässt, als im englischen, so wird der Silberverlu in Muffelöfen etwas geringer.

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.	

a. Erzarbeit. (II. 194.)

Die Erzbeschickung bestand aus:

24,17%	bleiisch. Erz	33,54%	bleiisch. Erz
58,44 „	Glanz	51,61 „	Glanz
19,39 „	Dürr- u. Kupfererz	14,85 „	Dürr- u. Kupfere

und enthielt durchschnittlich:

18,98 Pfdthle. Ag	15,61 Pfdthle. Ag
36,28 Pfd. Pb	33,29 Pfd. Pb.

Zur Beschickung wurden auf 100 Ctr. zugeschlagen:

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.
48,75 Ctr.	Stein	44,40 Ctr.
0,82 „	Kalk	— „
0,49 „	Kalkstein	— „
0,39 „	Flussspath	— „
0,12 „	Bauschutt	— „
2,24 „	Eisenschlacken	0,33 „
0,99 „	Sinterschlacken	4,25 „

Auf 100 Ctr. Erzbeschickung und Rohstein waren erforderlich:

Zum Zubrennen und Rösten

0,05 Klftr.	Holz	0,008 Klftr.
18,48 Ctr.	Schieferkohle	18,15 Ctr.
— „	Coks	0,16 „
— Schffl.	Sinterkohle	0,96 Schffl.
0,002 Körbe	Späne	0,004 Körbe.

Zubrenn- und Röstaufwand betrug pro 1 Ctr. Erzbeschickung und Rohstein:

	für Brennmaterial:	
1,536 gr.		1,670 gr.
	für Arbeitslöhne	
1,138 gr.		1,081 gr.

In 24 Stunden wurden geschmolzen:

49,28 Ctr.	Erzbeschickung	49,45 Ctr.
24,02 „	Stein	21,95 „

Auf 100 Ctr. Erzbeschickung waren zum Schmelzen erforderlich:

43,39 Ctr.	Coks	48,67 Ctr.
0,15 Körbe	Holzkohlen.	0,04 Körbe
— „	Torf	0,02 „

Die Schmelzkosten betragen pro 1 Ctr. Erzbeschickung:

6,018 gr.	für Brennmaterial	6,052 gr.
2,632 „	„ Arbeitslöhne	2,646 „

Auf 100 Ctr. Beschickungsmasse an Erzen, Stein und Zwischenproducten wurden ausgebracht:

21,19 Ctr.	Blei	20,75 Ctr.
	mit	
54,81 Pfdth.	Silber	57,09 Pfdth.
2,77 Ctr.	Stein	1,79 Ctr.
	mit	
24,11 Pfdth.	Silber	26 Pfdth.
30,44 Pfd.	Blei	17,47 Pfd.
9,53 „	Kupfer	15,04 „

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.

Von der gesammten Beschickungsmasse werden erzeugt a

75,67%	Bleischlacken.	73,74%

Die gesammten Betriebskosten bei der Erzarbeit b tragen pro 1 Ctr. Erzbeschickung:

13,334 gr.		12,990 gr.
	und zwar für	
0,171 gr.	Zuschläge	— gr.
8,566 „	Brennmaterial	8,468 „
4,482 „	Arbeitslöhne	4,204 „
0,115 „	Poch- und Gebläse-aufwand.	0,318 „

b. Bleischlackenroharbeit. (II. 200.)

Auf 100 Ctr. Bleischlacken werden zugeschlagen:

92,56 Ctr.	Erz u. Zuschlagerze	70,07 Ctr.
	und zwar:	
27,30 Ctr.	roh	28,10 Ctr.
63,78 „	geröstet	29,85 „
1,48 „	zugebrannt.	12,12 „

Auf 100 Ctr. des gerösteten Erzes und Zuschlager waren erforderlich zum Rösten und Zubrennen:

22,50 Ctr.	Schieferkohlen	17,66 Ctr.
0,91 „	Coks	— „
5,35 „	Sinter	1,15 „
0,003 Klftr.	Holz	0,007 Klftr.
— „	Späne	0,01 „

Der Aufwand hierfür betrug pro Ctr. Erz und Zuschlager

2,075 gr.	Brennmaterial	1,588 gr.
1,33 „	Arbeitslohn	0,828 „

In 24 Stunden wurden verschmolzen:

104,50 Ctr.	Erz u. Zuschlagerze	98,56 Ctr.
112,91 Schffl.	Schlacken	127,82 Schffl.

Auf 100 Ctr. Erz, Zuschlagerz und Schlacken wa erforderlich zum Schmelzen:

47,95 Ctr.	Schieferkohlen	48,64 Ctr.
— „	Sinter	0,01 Schffl.

Der Schmelzaufwand für 1 Ctr. Beschickung betrug

3,977 gr.	Brennmaterial	4,174 gr.
0,945 „	Arbeitslohn	0,872 „

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.

Auf 100 Ctr. Beschickungsmasse wurden ausgebracht:

25,40 Ctr.	Stein mit	24,08 Ctr.
13 Pfdth.	Silber	12 Pfdth.
6,63 Pfd.	Blei	5 Pfd.
1,65 „	Kupfer	2 „

Von 100 Ctr. Beschickungsmasse wurden abgesetzt an

74,59 Ctr.	Schlacken	75,92 Ctr.

Betriebskosten beim Erz- und Schlackenschmelzen pro 1 Ctr. der vorgel. Erz und Zuschlagerze

0,082 gr.	Zuschläge	— gr.
9,178 „	Brennmaterial	9,621 „
3,658 „	Arbeitslohn	3,502 „
0,067 „	Poch- u. Gebläseaufwand	0,177 „
12,986 gr.	Summa	13,300 gr.

Von dem bei der Erzarbeit vorgel. Silber wurden angesammelt:

83,25%	im Werkblei	84,72%
4,79 „	im Stein von Erzarbeit	2,57 „
11,66 „	im Flammofenstein	13,01 „
0,26 „	im Flugstaub und Gekrätz	0,48 „

Vom vorgelaufenen Blei wurden angesammelt:

81,80%	im Werkblei	86,10%
3,28 „	im Stein von Erzarbeit	1,31 „
9,02 „	im Stein vom Flammofen	6,29 „
0,39 „	im Flugstaub und Gekrätz	1,29 „

c. Steinschmelzen. (II. 198, 512.)

Zum Zubrennen von 100 Ctr. Stein waren erforderlich:
0,13 Klftr. Holz
1,32 Ctr. Schieferkohlen.

Zum Rösten von 100 Ctr. Stein, Erz und Gekrätz waren erforderlich:

20,56 Ctr.	Schieferkohlen	23,06 Ctr.
— „	Sinter	11,87 Schffl.

Die Röstkosten betragen pro 1 Ctr. Stein, Erz und Gekrätz:

1,961 gr.	Brennmaterial	2,578 gr.
1,488 „	Arbeitslohn	1,607 „

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.

Beim Bleisteinschmelzen und Spuren gab man auf 100 C vorgel. Stein einen Zuschlag von:

7,99 Ctr.	Erz u. Zuschlagerzen	15,41 Ctr.
0,36 „	Rückstand	— „

Durchschnittsgehalt der Beschickung:

23,24 Pfdth.	Silber	15,37 Pfdth.
20,90 Pfd.	Blei	17,08 Pfd.
12,49 „	Kupfer	12,87 „

Beim Bleisteinschmelzen und Spuren gab man auf 100 C Stein, Erz und Zuschlagerz einen Zuschlag von:

3,02 Ctr.	Herd	— Ctr.
8,39 „	Frischglätte	— „
24,64 „	Glättfrischschlacken	20,02 „
7,14 „	Concentrationsschlacken	5,08 „
3,01 „	Flussspath	4,55 „
1,25 „	Schwerspath	5,43 „

In 24 Stunden wurden incl. Spuren durchgesetzt Stein, Erz und Gekrätz:

61,21 Ctr.		59,03 Ctr.

Auf 100 Ctr. Stein consumirte man beim Schmelzen

— Ctr.	Schieferkohle	15 Ctr.
0,1 Körbe	Holzkohlen	0,1 Körbe
44,0 Ctr.	Coks	58 Ctr.
— Körbe	Torf	0,02 Körbe

Dabei betrugen die Schmelzkosten pro Ctr.

0,234 gr.	für Zuschläge	0,549 gr.
6,207 „	„ Brennmaterial	9,478 „
2,058 „	„ Arbeitslohn	2,321 „

Das Ausbringen beim Steinschmelzen betrug pro 100 C Stein, Erz und Gekrätz:

—	Kupferstein (verkäuflich) mit	15,22 Ctr.
—	Silber	25,44 Pfdth.
—	Kupfer	45,01 Pfd.
26,93 Ctr.	Kupferstein mit	45,41 Ctr.
24,5 Pfdth.	Silber	21,46 Pfdth.
15 Pfd.	Blei	12,92 Pfd.
31 „	Kupfer	38,30 „

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.
3,96 Ctr.	bleiisches Kupfer	12,80 Ctr.
23,76 „	Spurstein	10,20 „
	mit	
24 Pfdth.	Silber	20 Pfdth.
50 Pfd.	Kupfer	54 Pfd.
26,26 Ctr.	Werkblei	13,35 Ctr.
	mit	
48,75 Pfdth.	Silber	59,33 Pfdth.
0,40 Ctr.	Speise	0,63 Ctr.
	mit	
— Pfdth.	Silber	40 Pfdth.
— Pfd.	Kupfer	23,8 Pfd.
27 „	Nickel und Cobalt	17,4 „

Von 100 Ctr. Vorlaufen fielen:

60,83 Ctr.	Bleisteinschlacken	68,66 Ctr.

d. Kupfersteinconcentration. (II. 562.)

Der im Flammofen zur Concentration gebrachte Stein hatte einen durchschnittlichen Metallgehalt von:

25,09 Pfdth.	Silber	19,74 Pfdth.
47,04 Pfd.	Kupfer	40,74 Pfd.

Von 100 Ctr. Kupferstein waren zur Beschickung gelegt:

14,06%	roh	41,26%
85,94 „	geröstet	58,74 „

Auf 100 Ctr. gerösteten Kupferstein wurden gebraucht:

25,38 Ctr.	Schieferkohle	19,28 Ctr.
— Schffl.	Sinter	7,69 Schffl.

Mit einem Geldaufwand pro Ctr. von

2,129 gr.	Brennmaterial	1,790 gr.
1,444 „	Arbeitslöhne	0,865 „

Auf 100 Ctr. Stein wurden zugeschlagen:

10,03 Ctr.	Erz	33,75 Ctr.
11,34 „	Zuschlagerze (schwerspäthig)	14,58 „
24,20 „	Schwerspath	16,03 „
18,79 „	Concentrationsschlacken	31,34 „
— „	Schwerspathschlacke	16,03 „

In 24 Stunden wurden verschmolzen:

111,58 Ctr.	Kupferstein	73,62 Ctr.
26,19 „	Erz u. Zuschlagerze	35,82 „
27,00 „	Schwerspath	11,89 „
20,96 „	Schlacken	35,13 „

Silber. Verbleiung von Lechen.

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.

Auf 1 Ctr. Kupferstein wurden consumirt beim Schmelz

0,91 Ctr.	Schieferkohle	1,13 Ctr.

Geldaufwand pro 1 Ctr. Kupferstein:

1,137 gr.	Zuschläge	0,408 gr.
7,705 „	Brennmaterial	9,901 „
1,790 „	Arbeitslöhne	2,673 „

Von 100 Ctr. Stein wurden ausgebracht:

64,71 Ctr.	Stein und zwar	97,38 Ctr.
59,16 Ctr.	Concentrationsstein mit einem Gehalte an	90,60 Ctr.
40 Pfdth.	Silber	27,45 Pfdth.
70 Pfd.	Kupfer	69,24 „
5,5 Ctr.	Kupferstein mit einem Gehalte an	6,78 Ctr.
22 Pfdth.	Silber	23 Pfdth.
13 Pfd.	Kupfer	20 Pfd.
1,23 Ctr.	bleiisches Kupfer mit	— „
90 Pfdth.	Silber u. 44 Pfd. Kupfer	— „
— „	Speise mit	0,58 Ctr.
— „	Silber	40 Pfdth.
— „	Kupfer	23,8 Pfd.
— „	Nickel u. Cobalt	17,4 „

Von der vorgelaufenen Beschickungsmasse wurden
etzt:

60,36%	Schlacke	62,29%

Gesammte Betriebskosten pro 1 Ctr. Stein:

3,674 gr.	Erz u. Zuschlagerze	4,492 gr.
1,137 „	Zuschläge	0,408 „
9,535 „	Brennmaterial	10,952 „
3,031 „	Arbeitslöhne	3,181 „
1,196 „	Pochen	0,539 „
18,573 gr.	Summa	19,572 gr.

Schlackenschmelzen vom Bleistein- und Kupf
steinconcentriren:

Auf 100 Ctr. Schlacken werden zugeschlagen:

72,01 Ctr.	Erze u. Zuschlagerze und zwar	123,35 Ctr.
17,45 „	roh	28,95 „
54,56 „	geröstet	78,38 „
— „	zugebrannt	16,02 „

Halsbrücker Hütte.		Muldner Hütte.

1 Ctr. Erz und Zuschlagerz enthielt:

5,16 Pfdth.	Silber	4,94 Pfdth.
0,54 Pfd.	Kupfer	0,95 Pfd.

Kosten für Rösten und Zubrennen:

2,378 gr.	Brennmaterial	2,391 gr.
1,736 „	Arbeitslohn	1,162 „

In 24 Stunden werden durchgesetzt:

123,63 Ctr.	Schlacken	95,21 Ctr.
89,02 „	Erz	117,45 „

1 Ctr. Beschickung erfordert zum Schmelzen:

0,48 Ctr.	Schieferkohle	0,51 Ctr.

mit einem Geldaufwand pro 1 Ctr.

4,025 gr.	Brennmaterial	4,417 gr.
0,968 „	Arbeitslöhne	0,943 „

Von 100 Ctr. Beschickung werden ausgebracht:

20,63 Ctr.	Stein	19,47 Ctr.
	mit	
17,5 Pfdth.	Silber	15 Pfdth.
5 Pfd.	Blei	5 Pfd.
5 „	Kupfer	5 „

An Schlacken abgesetzt:

79,37%		80,33%

Gesammtkosten bei der Bleisteinarbeit, Kupfersteinconcentration und dem Schlackenschmelzen betragen:

auf 1 Ctr. Stein

1 Thlr. 26,969 gr.	3 Thlr. 25,508 gr.

Hiervon kommen auf Erz und Zuschlagerze:

1 Thlr. 2,163 gr.	2 Thlr. 13,447 gr.

Von den bei der Bleisteinarbeit, Kupfersteinconcentrationsarbeit und dem Schlackenschmelzen vorgelaufenen Metallen waren überhaupt:

	vom Silber	
63,75%	in Zwischenproducten	84,11%
36,25 „	in Erz u. Zuschlagerzen	15,89 „
	vom Blei	
100 „	in Zwischenproducten	100 „
	vom Kupfer	
73,84 „	in Zwischenproducten	93,32 „
26,16 „	in Erz u. Zuschlagerzen	6,68 „

§. 22. Beispiele für die Entsilberung von Blei Kupfer- und Kupferbleisteinen.

nes. Hierher gehören die Entsilberungsarbeiten, welchen a den Bleihütten die mehr oder weniger kupferhaltigen Ble steine im rohen oder gerösteten Zustande mit oder ohn Zuschlagseisen und mit bleiischen Producten unterworfe werden, wenn sie selbst nicht einen hinreichenden Bleigehal zur Silberausziehung besitzen (Bd. II., S. 105—263.) Sel tener findet eine Verbleiung eigentlicher Kupfersteine stat (Bd. II, S. 451—460).

C. Entsilberung der Leche durch bleiische Producte und Kupfer.

orie. §. 23. Allgemeines. Das Wesen der hierher ge hörigen Prozesse besteht darin, dass man silberhaltige Kupfer steine — entweder aus eigentlichen Kupfererzen durch Rob arbeit dargestellt (Abdarrprozess) oder bei wiederholte Entsilberung kupferhaltiger Silbererze durch Blei gefalle (Kupferauflösungsprozess) — mit silberhaltigem Schwar kupfer und bleiischen Producten verschmilzt. Dabei zerleg sowohl das freigewordene Blei, als auch das Kupfer d Schwefelsilber des Steins, das ausgeschiedene Silber wird v Blei aufgenommen und es entsteht ein kupferreicherer, sil ärmerer Stein neben silberreicherem Werkblei. Auch zer das Kupfer im Stein vorhandenes Schwefelblei[1]) theilw Enthält das Schwarzkupfer Silber, so wird dieses vom ebenfalls ausgezogen. Setzt man zu viel Kupfer zu, so dasselbe nicht völlig vom Lech aufgenommen und geht weise ins Werkblei; ohne Blei dem reinen Schwefelsilb Ueberschuss zugesetzt, bildet das Kupfer neben Kupfe eine Legirung mit Silber, wobei ersterer aber auch i silberhaltig bleibt.

Diese Prozesse pflegen bei sonst passenden Verhäl eine vollständigere Silberextraction neben Erzeugung r Schwarzkupfers zu gestatten, als die Saigerung der S kupfer allein, obgleich jene Prozesse zu den complic metallurgischen Arbeiten gehören. Immer aber h

1) Karst., Met. V, 476. Erdm. J. f. pr. Chem. II, 133.

entsilberte Gaarkupfer noch eine beträchtliche Menge Ag zurück (z. B. bei 10löthigem Kupfer 1—1½ Loth, also 10—15% der ganzen Silbermenge) und es entstehen nicht unbeträchtliche Blei- und Kupferverluste, so dass das Verfahren noch Vieles zu wünschen übrig und vortheilhaft sich durch den nassen Weg (Behandlung der Kupfer mit Schwefelsäure) ersetzen lässt.

Anwendbarkeit des Prozesses.

§. 24. Kupferauflösungsprozess. Dieser in Oberungarn im Bezirke von Nagybanya seit 1832 von SWAICZER eingeführte Prozess für eigentliche Silbererze mit einem Goldgehalt, silberhaltige und güldische Kiese, silberhaltige Kupfererze und bleiische Gefälle mit variablem Gehalt an Gold und Silber (II. 451) ist der Saigerung vorzuziehn, weil er eine vollständigere Entsilberung der bei den Erzarbeiten fallenden Leche gestattet. Die Zweckmässigkeit seiner Anwendung hängt hauptsächlich von dem Verhältniss des bei den Schmelzarbeiten fallenden Steins zum Schwarzkupfer ab; ist ersterer in zu grosser Menge vorhanden, so ist die Silberextraction zu unvollständig, im entgegengesetzten Falle geht das Kupfer theilweise ins Werkblei.

Manipulationen.

Dieser Prozess umfasst kurz nachstehende Operationen:

a) Armverbleiung. Die theilweise gerösteten gattirten ärmeren Geschicke werden mit 16—20% Treibproducten, 10—12% Kalk und wenigen Reichverbleiungsschlacken in 22 Fss. hohen Sumpföfen durchgesetzt und in dem Schmelzraume so viel Armblei eingetränkt, dass auf 1 Thl. güldisches Silber wenigstens 200 Theile Blei kommen. Man erhält treibwürdiges Werkblei mit ⅓—½ des Silbergehaltes und ½—⅔ des Goldgehaltes der Beschickung, sowie Armverbleiungslech, welcher, nöthigenfalls nochmals verbleit (Armverbleiungslechschmelzen), dann geröstet (15—30%)

b) zum Reichverbleien mit reichen Silbererzen (55—60%), Bleierzen und bleiischen Producten (40—80%) kommt, welche letztere sämmtlich behuf vollständigerer Ausziehung der edlen Metalle mit der Beschickung aufgegeben werden. Das erfolgende Reichblei (75—80% des gesammten in der Beschickung enthaltenen Bleies) hat 70—75% des Silber- und 95—98% des Goldgehaltes aufge-

nommen, während der Reichverbleiungslech mit 20—25% Pb, 4—6% Cu und 6—8 Lth. güldischem Ag 2mal geröstet und nochmals unter Zuschlag von 15—20% Silbererzen, 25—30% Armblei, 50—60% Schlacken und 5% Granulireisen entsilbert wird (Reichverbleiungslechschmelzen). Der dabei fallende Reichverbleiungsrepetitionslech mit 6—10 Pfd. Pb, 6—10 Pfd. Cu und 3—4 Lth. güld. Ag kommt

c) zur Kupferauflösung, indem man den Lech mit 80% armer Glätte, 5% Granulireisen, 50—60% Schlacken und so viel Schwarzkupfer beschickt, dass die Beschickung 25—30 Pfd. Cu und 3—5 Lth. güld. Ag enthält. Neben treibwürdigem Reichblei mit 11 Lth. Ag fällt Auflösungslech (40—50% der Beschickung) mit 10—15% Pb, 30—40% Cu und 2—2,5 Lth. Ag, welcher nochmals mit 50—60% Schlacken, 5% Granulireisen und so viel Armblei, dass auf jedes Loth güldisches Ag 20—25 Pfd. Blei fallen, auf entsilberten Kupferlech durchgestochen wird. Diesen gibt man mit 40—45% Cu und $^3/_4$—1 Lth. güld. Ag zur weiteren Behandlung auf Kupfer an die Felsobanyaer Kupferhütte (II. 452) ab, während das Auflösungsblei mit 2—3 Lth. Ag zum Reichverbleiungslechschmelzen geht.

d) Schlackenschmelzen. Die Schlacken vom Verschmelzen der reichen Geschicke werden mit 10—12% rohen schwefelreichen, silberarmen und möglichst goldfreien Kiesschliegen auf Schlackenlech mit 2—5 Pfd. Pb, $^1/_2$—2 Pfd. Cu und $1^1/_2$—3 Lth. Ag verschmolzen, welcher nach 2maliger Röstung der Armverbleiung oder dem Armverbleiungslechschmelzen übergeben wird.

'esen des rozesses.

§. 25. Abdarrprozess. Dieser ist eine mit dem Rohschmelzen und der Verbleiung verbundene Saigerung, wobei aber die Silberabscheidung vollständiger erfolgt, der Kupferverlust geringer und das producirte Gaarkupfer von besserer Qualität ist, als bei der Saigerung. Er gleicht dem Kupferauflösungsprozess darin, dass man silberhaltigen Stein mit bleiischen Producten, Kiehnstöcken und Schwarzkupfer behandelt.

Dieses Verfahren, wohl der complicirteste von allen hüttenmännischen Prozessen, eignet sich nur für silberhaltige

Kupfererze, nicht für kupferhaltige Silbererze, weil bei letzteren keine zur Ansammlung des Silbers hinreichende Menge Kupfer vorhanden ist.

Verfahren zu Brixlegg.

Dieser Prozess wird zu Szalathna in Siebenbürgen und namentlich zu Brixlegg[1]) in Tyrol in nachstehender Weise mit von Schwerspath, Quarz und Kalkspath begleiteten Kupfererzen[2]) (silberhaltigem Fahlerze, Kupferkies, Malachit und Lasur) ausgeführt:

a) Rohschmelzen. Kogler Erz mit 2—5 Lth. Ag und 4—10 Pfd. Cu, Thierberger Erz mit 2—7 Lth. Ag und 8—18 Pfd. Cu, Kitzbüchler Erz mit 1—5 Lth. Ag und 10—15 Pfd. Cu nebst noch verschiedenen anderen Erzen wird in einem Spurofen mit verdecktem Auge (Taf. I. Fig. 8 u. 9) — dessen Brustwand *a*) aus einer Eisenthür besteht, *b*) Vortiegel, *c*) Stechherd — mit passenden Schlacken verschmolzen auf:

α) Hüttenspeise mit 20—30 Lth. Ag und 25—30 Pfd. Cu, kommt zum Treiben *e*, wobei Blicksilber, Glätte mit $^1/_4$ Lth. Ag und 90 Pfd. Pb, Herd mit $1^1/_2$ Lth. Ag und 74 Pfd. Pb und Abstrich mit 81 Pfd. Pb erfolgen.

β) Rohlech mit 5—7 Lth. Ag und 20—28 Pfd. Cu, zur Reichverbleiung b.

γ) Krätz mit 2 Lth. Ag und 8 Pfd. Cu, welcher gemeinschaftlich mit Flugstaub mit 21 Grän Ag und 5 Pfd. Cu in die Arbeit zurückgeht.

δ) Schlacke[3]) mit nur 0,03—1,20% Cu, zur Halde.

b) Reichverbleien. Dieses bezweckt die Extraction des Silbers aus den Steinen und dem gleichzeitig zugesetzten silberhaltigen Schwarzkupfer durch Blei, vereinigt somit die Reichverbleiung und den Kupferauflösungsprozess. Zu dieser Arbeit kommen: 2mal gerösteter Rohlech αβ, silberhaltiges Bleierz mit 2—7 Lth. Ag und 45—50 Pfd. Pb, Oberlech

1) Wehrle, Hüttenkde. II, 463. Oest. Ztschr. 1853. S. 221. Karst., Met. V. 513. Handschriftliche Mittheilungen vom Bergingenieur Stapff zu Fahlun.

2) Erzverkommen: Cotta, Erzlagerst. II, 335. B. u. h. Ztg. 1858. S. 107.

3) Oest. Ztschr. 1853. S. 222.

von Klausen mit 2—4 Lth. Ag und 20—50 Pfd. Cu, Bleischlackengröb i β mit 3—4 Lth. Ag, 40 Pfd. Cu und 50 Pfd. Pb, Schwarzkupfer mit 12—20 Lth. Ag und 70—90 Pfd. Cu, reiche Kiehnstöcke d β mit 4 Lth. Ag, 30 Pfd. Cu und 50 Pfd. Pb, fettes Hartwerk f α mit 5—6 Lth. Ag, 28—30 Pfd. Cu und 70 Pfd. Pb, sowie Glätte, Herd und Abstrich vom Treiben a α.

An Producten erfolgen:

α) Erster Verbleilech oder Reichlech mit 3—4 Lth. Ag, 30—40 Pfd. Cu und 40—50 Pfd. Pb, zum Armverbleien c.

β) Reiche Saigerstücke mit 9—12 Lth. Ag, 20 Pfd. Cu und 78—80 Pfd. Pb, zum Saigern d.

γ) Krätz mit 2 Lth. Ag, 30 Pfd. Cu, 40 Pfd. Pb, geht nebst Flugstaub mit 1 Lth. Ag und 30 Pfd. Pb und Schlacken zum Bleischlackenschmelzen i.

c) Armverbleien, bezweckt die vollständigere Entsilberung der silberhaltigen Producte und die noch weitere Concentration des Kupfers, ist also als ein vereinigtes Kupferauflösungs- und Kupferauflösungslechschmelzen zu betrachten. Man verschmilzt den ersten Verbleistein b α mit Oberlech von Klausen, armen Kiehnstöcken d δ mit $1^1/_2$ Lth. Ag, 25 Pfd. Cu und 40—50 Pfd. Pb, Glätte, Abstrich und Herd, Schlackenblei i α mit 4—5 Lth. Ag, Bleischlackenhartwerken k α mit $2^1/_2$ Lth. Ag, 70 Pfd. Cu, 12 Pfd. Pb und Steinschlackenlech l α mit 1 Lth. Ag, 50 Pfd. Cu und 20—25 Pfd. Pb auf:

α) Zweiten Verbleilech oder Armlech mit 3 Lth. Ag, 40—45 Pfd. Cu, 20—30 Pfd. Pb, zum ersten Abdarren f.

β) Arme Saigerstücke mit 5—7 Lth. Ag, 20 Pfd. Cu, 78—80 Pfd. Pb zum Saigern d.

γ) Krätz mit $1^1/_2$ Lth. Ag, 30 Pfd. Cu, 30 Pfd. Pb, Flugstaub mit 1 Lth. Ag, 25 Pfd. Pb und Schlacke zum Bleischlackenschmelzen i.

d) Saigern. Beim Saigern der reichen b β und armen Saigerstücke c β erfolgen:

α) Reiche Werkbleie mit 9—12 Lth. Ag, zum Treiben a α.

β) Reiche Kiehnstöcke mit 4 Lth. Ag, 30 Pfd. Cu, 50 Pfd. Pb, zum Reichverbleien b.

γ) Arme Werkbleie mit 5—7 Lth. Ag, zum Abtreiben a α.

δ) Arme Kiehnstöcke mit $1\frac{1}{2}$ Lth. Ag, 25 Pfd. Cu, 40—50 Pfd. Pb, zum Armverbleien c.

e) Abtreiben der Reichwerke d α und Armwerke d γ vom Saigern nebst der Hüttenspeise a α, wobei Blicksilber, Glätte, Herd und Abstrich erfolgen (a α).

f) Erstes Abdarren. Dasselbe bezweckt, aus dem 2ten Verbleistein c α einen Theil Schwarzkupfer (Hartwerk) mit dem grössten Theil des Ag abzuscheiden, den andern Theil Cu aber, möglichst silberfrei, in den Steinen zurückzuhalten. Man verschmilzt den 2mal verbleiten Lech mit Mittelhartwerk g α mit 4—5 Lth. Ag, 60 Pfd. Cu, 30 Pfd. Pb und Bleischlackenoberlech k β mit $1\frac{1}{2}$ Lth. Ag, 30 Pfd. Cu, 20 Pfd. Pb auf:

α) Fettes oder feistes Hartwerk (silberreicheres Schwarzkupfer) mit 5—6 Lth. Ag, 28—30 Pfd. Cu, 70 Pfd. Pb, zum Reichverbleien b.

β) 1mal abgedarrten Lech, Darrlech, mit $2\frac{1}{2}$ Lth. Ag, 45—50 Pfd. Cu, 20—25 Pfd. Pb, zum zweiten Abdarren g.

γ) Krätz mit 1 Lth. Ag, 40 Pfd. Cu, 20 Pfd. Pb, Flugstaub mit 3 Lth. Ag, 3 Pfd. Cu, 10 Pfd. Pb und Schlacken, sämmtlich zum Steinschlackenschmelzen l.

g) Zweites Abdarren. Darrlech f β wird mit dürrem Hartwerk h α mit 2 Lth. Ag, 20—25 Pfd. Pb, 70 Pfd. Cu, Steinschlackengröb l β mit $2\frac{1}{2}$ Lth. Ag, 50—60 Pfd. Cu, 30 Pfd. Pb und Rostschlackenhartwerk m β mit 2 Lth. Ag, 70 Pfd. Cu und 25 Pfd. Pb verschmolzen auf:

α) Mittelhartwerk (silberärmeres Schwarzkupfer) mit 4—5 Lth. Ag, 60 Pfd. Cu, 30 Pfd. Pb, zum ersten Abdarren f.

β) 2mal gedarrten Lech, Hartstein, mit 2 Lth. Ag, 50—55 Pfd. Cu, 15—18 Pfd. Pb, zum Rostschmelzen h.

γ) Krätz mit 1 Lth. Ag, 50 Pfd. Cu, 10 Pfd. Pb, Flugstaub mit 2 Lth. Ag, $3\frac{1}{2}$ Pfd. Cu, 5 Pfd. Pb und Schlacken, zum Steinschlackenschmelzen l.

h) Hartstein- oder Rostschmelzen, bezweckt die letzten ausbringbaren Mengen Ag aus dem Stein abzuscheiden. Der 2—4mal geröstete Hartstein g β wird mit quarzi-

gen silberarmen Kupfererzen und Kupferschlacken verschmolzen auf:

α) Dürres Hartwerk (silberarmes Schwarzkupfer) mit 2 Lth. Ag, 20—25 Pfd. Pb und 70 Pfd. Cu, zum 2ten Abdarren g.

β) Kupferstein mit $^3/_4$—1 Lth. Ag und 60—70 Pfd. Cu, wird geröstet (hält dann 80—90 Pfd. Cu), im Schwarzkupferofen *a* (Taf. I. Fig 10, 11) auf Schwarzkupfer verschmolzen, welches man gleich flüssig aus dem Stechherd *c*, in den Kupfergaarherd *b* gelangen lässt. Man erhält dabei Rosettenkupfer, sowie Krätz, Flugstaub und Schlacken, welche zum Kupferschlackenschmelzen n kommen.

γ) Krätz mit 1 Lth. Ag, 60 Pfd. Cu, 5 Pfd. Pb, Flugstaub mit 1—2 Gr. Ag, 4 Pfd. Cu, 3 Pfd. Pb und Schlacken, zum Rostschlackenschmelzen m.

i) Bleischlackenschmelzen. Man verschmilzt Schlacken, Flugstaub und Krätz vom Reichverbleien b γ und c γ auf:

α) Schlackenblei mit 4—5 Lth. Ag, zum Armverbleien c.

β) Bleischlackengröb mit 3—4 Lth. Ag, 40 Pfd. Cu, 50 Pfd. Pb, zum Reichverbleien b.

γ) Bleischlackenlech mit 1 Lth. Ag, 30 Pfd. Cu, 10 Pfd. Pb, zum Bleischlackenlechdurchstechen k.

δ) Schlacken, werden abgesetzt.

k) Bleischlackenlechdurchstechen. Der geröstete Lech i γ gibt

α) Bleischlackenhartwerk mit $2^1/_2$ Lth. Ag, 70 Pfd. Cu, 12 Pfd. Pb, zum Armverbleien c.

β) Bleischlackenoberlech mit $1^1/_2$ Lth. Ag, 30 Pfd. Cu, 20 Pfd. Pb, zum ersten Abdarren f.

γ) Schlacken, zum Absatz.

l) Steinschlackenschmelzen. Krätz, Flugstaub und Schlacken vom ersten und zweiten Abdarren f γ und g γ werden verschmolzen auf

α) Steinschlackenlech mit 1 Lth. Ag, 50 Pfd. Cu, 20—25 Pfd. Pb, zum Armverbleien c.

β) Steinschlackengröb mit $2^1/_2$ Lth. Ag, 50—60 Pfd. Cu, 30 Pfd. Pb, zum zweiten Abdarren g.

γ) Schlacken, zum Absatz.

m) Rostschlackenschmelzen mit Krätz, Flugstaub und Schlacken von der Rostschmelzung h γ auf:

α) Rostschlackenoberlech mit 3 Gr. Ag, 50—60 Pfd. Cu, zum Schwarzkupferschmelzen h β.

β) Rostschlackenhartwerk mit 2 Lth. Ag, 70 Pfd. Cu, 25 Pfd. Pb zum zweiten Abdarren g.

γ) Schlacken, zum Absatz.

n) Kupferschlackenschmelzen mit Krätz, Flugstaub und Schlacken vom Gaarmachen h β auf

α) Kupferschlackenhartwerk mit 90 Pfd. Cu zum Gaarmachen h β.

β) Schlacken, zum Absatz.

Drittes Kapitel.

Bleiarbeit mit silberhaltigen Speisen.

Zugutemachungsmethoden.

§. 26. Allgemeines. Bei Blei-, Silber- und Kupferhüttenprozessen fallende silberhaltige Speisen (I. 33, 757; II. 134, 810, 366, 375) werden entweder durch Verbleien oder auch auf nassem Wege durch Amalgamation, Kochsalzlaugerei oder verdünnte Schwefelsäure entsilbert.

Freiberg

§. 27. Beispiele. Auf den Freiberger Hütten[1]) werden die bei der Bleierz-, Bleistein- und Kupfersteinarbeit (II. 199), sowie bei der Bleistein- und Kupfersteinsconcentration (II. 562) fallenden bleiischen und kupferigen Speisen mit 0,4—0,5% Ag und 2,5% Ni und Co abgeröstet und mit 50% bleiischem Herd, 150% Barytschlacken von der Kupfersteinconcentration (II. 562.) und 10% Schwerspath auf Werkblei, Kupferstein und silberarme Speise mit 12—13% Ni und Co verschmolzen. Letztere wird ungeröstet noch 2—3 mal mit viel bleiischen Verschlägen, Glättfrischschlacke und 10% Schwerspath entsilbert, bis zuletzt eine Speise mit 3 Pfdth. Ag, 15—18% Cu und 15—18% Ni erfolgt, welche dann im Flammofen noch weiter concentrirt wird (siehe Nickel).

1) Plattner-Richter's Vorles. II, 352. B. u. h. Ztg. 1864. S. 59.

Bei einem Versuche, die Speise erst nach der Raffination im Flammofen mit der eingerührten 1½fachen Menge Blei zu entsilbern, lieferte Werkblei mit 2 Pfdth. Ag, Kupferstein und lechhaltige Speise mit 2 Pfdth. Ag.

Viertes Kapitel.

Bleiarbeit mit silberhaltigem Schwarzkupfer.

Silbergehalt des Kupfers.

§. 28. Allgemeines. Hierbei kommen nachstehende beiden Fälle in Rücksicht:

Abtreiben.

1) Silberreiches Kupfer kann direct mit der 16fachen Menge Blei abgetrieben werden, wobei man aber nach Wehrle[1]) an 12% Blei und 1% Silber verliert und z. B. bei einem 16löthigen Silber pro Ctr. Kupfer an 22 fl. 50 kr., also 1 fl. 10 kr. weniger Kosten hat, als die daraus ausgebrachte Mark Silber werth ist, so dass sich die Methode nur bei gold- und silberreichem Kupfer anwendbar zeigt. Bei solchem ist es dann zweckmässiger, dasselbe in kleinen, 6% nicht übersteigenden Quantitäten beim Abtreiben von Reichblei zuzusetzen. Die kupferreiche Glätte wird, wenn möglich, mit andern silber- und kupferhaltigen Abfällen (Darrschlacken, Pickschiefer etc.) verfrischt und die erfolgende Legirung gesaigert. Dieses Verfahren kommt selten zur Anwendung.

Wesen der Saigerung.

2) Silberärmeres Schwarzkupfer unterwirft man dem Saigerprozess. Wird solches in einem gewissen Verhältnisse mit Blei zusammengeschmolzen (Kupferfrischen), so bildet sich nach dem Erstarren der Legirung ein Gemenge von silberhaltigem Blei und einer aus etwa 1 Thl. Blei und 3 Thln. Kupfer bestehenden Verbindung mit bedeutend geringerem Silbergehalt. Beim Erhitzen (Saigerung) dieser Legirung bis zum Schmelzpuncte des Bleies, fliesst das silberhaltige Blei aus und es bleibt die strengflüssigere Legirung von Blei und Kupfer (Kiehnstock) zurück.

Mängel der Saigerung.

Dieser Prozess gestattet trotz grossen Blei- und Kupferverlustes bei bedeutendem Aufwand an Brennmaterial und

---

1) Oest. Ztschr. 1857. S. 281.

Arbeitslöhnen keine vollkommene Entsilberung und erfordert eine Menge von Zwischenarbeiten zur theilweisen Wiedergewinnung der in den vielen Zwischenproducten zurückbleibenden nutzbaren Metalle, so dass der ganze Prozess eigentlich gar nicht zum Abschluss kommt. Nach WEHRLE[1]) erleidet man beim Saigern durchschn. 21% Agverlust und hat incl. dieses Verlustes bei 16löthigem Kupfer 927 fl. 40 kr. Kosten, während der Silberwerth 2400 fl. beträgt.

Wegen dieser Mängel ist der Prozess an vielen Orten (z. B. in Mansfeld, Ungarn etc.), wenn es die Beschaffenheit der Erze zuliess, schon länger durch vollkommenere Prozesse zumeist auf nassem Wege (AUGUSTIN's und ZIERVOGEL's Extraction, Amalgamation) ersetzt und nur da beibehalten, wo unreinere, namentlich Blei, Antimon und Arsen enthaltende Erze jene Prozesse unanwendbar machten und dann bei der Saigerung, durch vieles Blei gereinigt, ein erträgliches Kupfer erfolgte. Indess hat man neuerdings auch für solche unreineren Geschicke und daraus erzeugte Zwischenproducte (Leche, Schwarzkupfer, Kupferspeisen) Prozesse auf nassem Wege erfunden, welche die Saigerung bereits verdrängt haben und immer mehr verdrängen werden, z. B. die Behandlung gerösteter silberhaltiger Kupfersteine oder Kupferbleisteine (Freiberg) oder von Schwarzkupfer mit verdünnter Schwefelsäure (Okerhütte am Unterharz, Altenauerhütte am Oberharz).

Grenzen der Anwendbarkeit der Saigerung

Nach KARSTEN[2]) betragen die Kosten der Saigerung für 1 Ctr. Schwarzkupfer soviel, als der Werth von 8—9 Lth. Ag, so dass Kupfer mit geringerem Silbergehalte nicht mehr saigerwürdig sind. Auf den Oberharzer Hütten[3]) liegt die Grenze der Saigerwürdigkeit bei etwa $4\frac{1}{2}$—5 Lth. Silber im Centner Schwarzkupfer je nach den Bleipreisen.

Aber nicht nur bei einem zu geringen, sondern auch bei einem zu hohen Silbergehalte werden die Kosten der Saigerung erhöht, was darin seinen Grund hat, dass in letzterem Falle, z. B. bei 20% Silbergehalt, die Saigerung

1) Oest. Ztschr. 1857. S. 281.
2) KARST., Arch. 1 R. IX, 3. — Dessen Met. V, 415, 421.
3) KERL, Oberharz. Hüttenpr. 1860. S. 523.

mehrmals wiederholt werden muss, um das Silber möglichst auszuziehen. Dadurch würden die Arbeiten so sehr vervielfältigt und der Metallverlust so sehr erhöht werden, dass die Kosten der Entsilberung von 1 Ctr. Schwarzkupfer mehr als den Werth von 9 Lth. Silber betragen. Silberreiches Kupfer, Münzen etc. pflegt man, wie bemerkt, besser direct mit Blei auf den Treibherd aufzusetzen. Auch unterwirft man silberreiches Kupfer vortheilhaft einer Affination mit Schwefelsäure. Nur bei billigen Bleipreisen und einer zweckmässigen Benutzung der Zwischenproducte gewährt die Saigerung Vortheile.

[...]sserung [...]igerung. Eine wesentliche Verbesserung des Saigerprozesses in Bezug auf die zweckmässige Benutzung der Zwischenproducte ist die, dass man dieselben nicht mehr, wie früher, bei den verschiedenen Kupferprozessen zuschlägt und bei ihrer Unreinheit das Hauptproduct in seiner Qualität verschlechtert, sondern dieselben eigenen Arbeiten unterwirft und daraus Kupfersorten von geringerem Werth darstellt (früher in Oker, Altenau, Lautenthal).

§. 29. Arbeiten beim Saigerprozess. Beim Saigerprozess kommen folgende Arbeiten vor:

[...]inerung [...]chwarz-[...]pfers. 1) Zerkleinerung des Schwarzkupfers. Eine je grössere Oberfläche das silberhaltige Schwarzkupfer beim Zusammenschmelzen mit Blei darbietet, um so vollständiger kann das Silber extrahirt werden. Aus diesem Grunde werden grosse Schwarzkupferstücke zerkleinert entweder

[...]ferbre-[...]hen. a) durch das sogenannte Kupferbrechen.[1]) Dies geschieht mittelst Pochwerken (früher in Hettstädt) oder schwerer Hämmer (Oberharz, früher in Grünthal), indem man das Schwarzkupfer je nach seiner Zähigkeit, gewöhnlich auf Saigerherden, zuvor erhitzt oder nicht (kaltes und warmes Kupferbrechen). Bei diesem Ausglühen bleiischer Schwarzkupfer saigert nicht selten eine bleiische Masse (Kupferbrechdörner zu Grünthal) aus, die beim Abtreiben mit zugesetzt werden kann.

[...]uliren. b) Durch das Granuliren[2]), indem man das einge-

1) Bgwkfd. IX, 368.
2) Winkler in Erdm. J. f. ök. Ch. XII, 204.

schmolzene Schwarzkupfer in bewegtes Wasser absticht (Oker). Durch ein oxydirendes Schmelzen beim Flüssigmachen des Schwarzkupfers (Verblasen) im Spleissofen (Taf. I. 14 und 15) erreicht man gleichzeitig eine Reinigung desselben und eine Concentration des Silbergehaltes.

Zweck.

2) Das Frischen des Schwarzkupfers. Unter Frischen versteht man auf Saigerhütten das Zusammenschmelzen des silberhaltigen Schwarzkupfers mit metallischem Blei oder bleiischen Producten, um das Silber des Kupfers ans Blei zu binden, mit welchem es verwandter ist. Damit dies möglichst vollständig geschieht, ist es erforderlich, dass die Menge des Zuschlagbleies zum Kupfer und Silber in einem gewissen Verhältniss steht. Erfahrungsmässig darf nach KARSTEN das Verhältniss des Bleies zum Kupfer nicht grösser sein, als das von 11 : 3, wenn man beim demnächstigen Absaigern des silberhaltigen Bleies nicht zu viel Kupfer in den Werken mit fortführen will; ferner sind nach KARSTEN zu jedem Loth Silber, welches das Metallgemisch enthält, mindestens 15—16 Pfd. Blei erforderlich. Bei weniger Blei bleibt zu viel Silber in dem Kupfer zurück.

Verhältniss zwischen Blei und Kupfer.

Nach KARSTEN darf man sich von diesem Verhältniss ungestraft nicht zu weit entfernen, was zwar im Allgemeinen ein richtiger, aber nach Localverhältnissen modificirbarer Grundsatz ist. Will der Hüttenmann eine Frischbeschickung zusammensetzen, so hat er zunächst zu erwägen, ob es in Bezug auf den Werth der Metalle vortheilhafter ist, etwas Kupfer in das Saigerblei zu führen und das Silber und Blei wieder vollständiger zu gewinnen, oder mehr Blei und Silber im Kupfer zu lassen, um einen möglichst geringen Verlust an letzterem zu haben. Hiernach wird bei Zugrundelegung der KARSTEN'schen Zahl durch Versuche das vortheilhafteste Verhältniss zwischen Blei und Kupfer ausgemittelt werden müssen. Auf den Oberharzer Hütten hat sich nach langjähriger Erfahrung das Verhältniss von 100 Schwarzkupfer mit 3—5 Lth. Silbergehalt zu 200—250 Blei in Bezug auf das Metallausbringen als das günstigste erwiesen. Dieses Verhältniss wird jedoch modificirt, je nachdem das Schwarzkupfer mehr oder weniger Blei enthält. Zu Grünthal gab man auf 3 Theile Kupfer 11 Theile Blei.

Ist das Schwarzkupfer nicht so reich an Silber, dass bei dem Verhältniss des Bleies zum Kupfer von 11:3 so reiche Werke fallen, dass auf 1 Lth. Silber 15—16 Pfd Blei kommen, so werden die bei der Saigerung erhaltenen armen Werke statt silberleeren Bleies zum Frischen eines neuen Quantität Schwarzkupfer benutzt, wodurch dann Werke von obigem Silbergehalt erfolgen. Das erste Frischen mit Blei nennt man Armfrischen, das zweite mit armen Werken Reichfrischen.

Arm- und Reichfrischen.

Es ist nun Thatsache, dass beim Verschmelzen silberhaltiger Schwarzkupfer mit silberleerem Blei, also bei einem einmaligen Frischen, die Silberextraction weit vollkommener erfolgt, als wenn man silberhaltiges Blei dazu verwendet (beim zweimaligen Frischen). Man erhält zwar in ersterem Falle ein silberärmeres Blei, als im letzteren, aber auch vollständiger entsilbertes Schwarzkupfer, indem das von letzterem zurückgehaltene Blei weniger silberreich ist, und es kommt dann bei der Wahl der einen oder andern Methode darauf an, ob in ersterem Falle das Mehrausbringen an Silber den grössern Bleiverlust beim Abtreiben deckt.

Unterharzer Erfahrungen.

So hatte man früher zu Oker ein Arm-, Mittel- und Reichfrischen. Seit 1838 hat man das Mittelfrischen weggelassen und gefunden, dass bei einem 2maligen Frischen (Arm- und Reichfrischen) das Mehrausbringen an Silber den grössern Bleiverlust beim Treiben deckt. Ausserdem hat das zweimalige Frischen vor dem dreimaligen die Vorzüge gehabt, dass dem antimonhaltigen Schwarzkupfer durch öftere frische Bleizusätze das Antimon besser entzogen wurde, als durch schon zweimal benutztes Werkblei, indem das Gaarkupfer eine bessere Qualität erhielt. Vielleicht wird ein nur einmaliges Frischen noch erwünschtere Resultate geben. Ein Armfrischstück besteht zu Oker aus 72 Pfd. Cu und 225 Pfd. Pb, ein Reichfrischstück aus 72 Pfd. Cu und 275 Pfd. Pb, woraus sich ergibt, dass bei ersterem ein geringerer, bei letzterem ein höherer Bleizuschlag angewandt ist, als das von KARSTEN angegebene Verhältniss 11:3 erfordert, nämlich respect. 9,4:3 und 11,5:3. Die Granalien vom Schwarzkupfer aus der Kupferarbeit halten durchschnittlich 5 Lth. Silber, die aus der Bleisteinarbeit 6—6½ Lth., die

Armwerke $2^1/_2$ Lth., die Reichwerke $3^1/_2$ Lth. bei 2—3% Kupfergehalt.

Oberharzer Erfahrungen

Zu Altenau nimmt man auf 1 Frischen von 51 Ctr. Krätzschwarzkupfer mit $3^3/_4$—$8^3/_4$ Lth., durchschnittlich mit 5 Lth. Silber, 140,25 Pfd. Pb (3 : 8,2) und erhält demnächst Werke von $2^1/_4$—$3^1/_8$ Lth. Ag. Je höher der Silbergehalt, desto mehr Silber bleibt im Rohkupfer zurück und kann nur durch wiederholtes Verfrischen desselben verringert werden. KARSTEN gibt den höchsten Gehalt des für einmalige Saigerarbeit tauglichen Kupfers zu 19—20 Lth. und den Silbergehalt des in den Handel gehenden Saigerkupfers zu $1^1/_2$—3 Lth. an. Das Okersche gute Gaarkupfer hält $2^1/_4$ — $2^1/_2$ Lth., das Krätzgaarkupfer 2 — $2^1/_4$ Lth., das Abzugsgaarkupfer $1^1/_2$ — $2^3/_4$ Lth., das Altenauer Gaarkupfer 1 Lth. Silber.

Die Anwendung von metallischem Pb (Altenau) ist der von Glätte (Oker) vorzuziehen, weil letztere zu einer grösseren Schlackenbildung Veranlassung gibt, weniger rein ist und ungleichmässiger entsilbert.

Frischöfen

Die Kupferfrischöfen sind gewöhnlich niedrige Spuröfen mit offnem Auge (I. 437). Bei dieser Zustellungsart wird das Blei vor dem Einfluss der Gebläseluft geschützt und die geringe Ofenhöhe lässt eine genauere Arbeit zu, als eine grössere. Das Schmelzen erfordert nämlich grosse Sorgfalt und Uebung, indem der Frischer stets darauf achten muss, dass die zusammengehörigen Quantitäten Kupfer und Blei sich vereinigen.

Manipulationen.

Um das oben erwähnte Verhältniss der Metalle möglichst herzustellen, gibt man Kupfer und Blei in Quantitäten von bestimmtem, unabänderlichem Gewicht auf und nennt dann ein solches zusammengehöriges Quantum, nachdem es zusammengeschmolzen und in eine eiserne Pfanne (Frischpfanne) abgestochen ist, ein Frischstück. In diesem muss einestheils das Blei zum Kupfer im richtigen Verhältniss stehen (nach KARSTEN 11 : 3), dann aber auch das Blei zum Silber (15—16 Pfd. Pb auf 1 Lth. Ag). Letzteres kann aber nur dadurch erreicht werden, dass man den Silbergehalt aller zur Beschickung kommenden Substanzen erforscht und diese danach zweckmässig zusammensetzt. Der Normal-

bestand eines Frischstücks ist nach KARSTEN: $^3/_4$ Ctr. Cu, $1^1/_4$ Ctr. Pb und 75—76 Quentchen Ag, wobei auf 3 Thle. Cu 11 Thle. Pb und auf 1 Lth. Ag 16 Pfd. Pb kommen.

Heisse Gebläseluft.

Heisse Gebläseluft vermehrt den Bleiverbrand und befördert die schnelle Zerstörung der Oefen, ohne eine wesentliche Brennmaterialersparung oder eine stärkere Förderung zu bewirken.[1])

Beim Kupferfrischen fallen folgende Producte;

Producte des Frischens.

a) Frischstücke, im Wesentlichen aus Pb und Cu bestehend, mit verschiedenen Mengen Ag, wo aber der grösste Theil des letzteren ans Blei gebunden ist. Sie werden dem Saigerprozess unterworfen.

Man gibt ihnen gewöhnlich die Gestalt von 3—$3^1/_2$" dicken Scheiben, weil sie in dieser Gestalt die grösste Oberfläche bei der geringsten Stärke der Masse darbieten. Zu starke Scheiben erfordern zu ihrer Absaigerung eine so starke Hitze, dass sie in Fluss gerathen; bei zu dünnen Scheiben ist die Verhinderung eines totalen Flüssigwerdens schwer. Sie werden in der Frischpfanne mit Lehmwasser rasch abgekühlt und an einem vor dem Starrwerden eingelegten Haken ausgehoben.

b) Schlacke, auch wohl Frischabstrich genannt. Obgleich man beim Frischen keine Zuschläge gibt, so erzeugen sich doch 5—6% Schlacken aus der Asche der Kohle und den Erden der Ofenwände. Sie werden bei einem Gehalte von 30—60 Pfd. kupferigem Blei dem Krätzfrischen oder Krätzschmelzen übergeben.

c) Krätz, Ofenbruch, Flugstaub mit variabeln Mengen von Cu und Pb, kommen im verwaschenen oder unverwaschenen Zustande zur Krätz- oder Dörnerarbeit.

3) Das Saigern der Frischstücke.

Theorie.

Wie bereits früher angeführt ist, bilden Cu, Pb und Ag im flüssigen Frischstück eine homogene Legirung. Sobald diese aber plötzlich erstarrt, was man durch Begiessen des Frischstücks mit Wasser befördert, so entsteht ein mechanisches Gemenge von silberhaltigem Blei und einer Le-

1) MERBACH, Anwend. d. erhitzten Gebläseluft 1840. S. 216.

girung, die aus etwa 1 Theil Pb und 3 Theilen Cu mit bedeutend geringerem Silbergehalte besteht. Die Absonderung geschieht grösstentheils nach dem spec. Gewicht, zu unterst befindet sich meist silberhaltiges Blei. Erhitzt man dieses Gemenge auf passenden Vorrichtungen bis zur Temperatur des schmelzenden Bleies, so saigert das Werkblei aus und eine strengflüssigere, etwas Ag haltende Legirung aus 1 Pb und 3 Cu (Kiehnstock) bleibt zurück.

Die Operation führt man auf den sogenannten Saigerherden (Bd. I. Taf. VI. Fig. 138) aus.

Regeln beim Saigern.

Bei diesem Prozesse kommt es auf die Beobachtung folgender Puncte hauptsächlich an:

a) Man muss den Luftzutritt zu den Frischstücken möglichst vermindern, damit nicht zu viel leichtschmelzbare oxydirte Verbindungen (Krätz, Saigerdörner) entstehen.

b) Die Frischstücke müssen möglichst gleichförmig, nicht zu stark und nicht zu schwach erhitzt werden, und zwar anfangs bei geringerer Temperatur, als gegen Ende des Prozesses. Eine zu hohe Temperatur bewirkt die Bildung kupferiger Werkbleie, eine zu niedrige die Entstehung von silber- und bleireichen Kiehnstöcken.

Mangelhaftigkeit des Prozesses.

Aber selbst bei ganz sorgfältiger Ausführung des Prozesses ist eine vollständige Absaigerung des Werkbleies nicht möglich, indem das auf den Saigerscharten zurückbleibende Kupfer nach Karsten gegen 25% Pb und 0,1% von seinem ursprünglichen Silbergehalt zurückhält, welche letzteren Metalle durch einen später folgenden Oxydationsprozess (das Darren oder Verblasen) nur unvollständig und mit nicht unbedeutenden Kosten wieder gewonnen werden können.

Saigerproducte.

Man erhält beim Saigern folgende Producte:

a) Kiehnstöcke, aus etwa 3 Theilen Cu und 1 Theil Pb mit variablem Silbergehalt bestehend (mit 10—25% Pb und 1—5 Loth Silber). Sind sie zu silberreich, so werden sie durch nochmaliges Frischen mit armer Glätte und Saigern der Kiehnstocksaigerstücke weiter entsilbert (Kiehnstockdurchstechen und Saigern der Kiehnstocksaigerstücke). Sind sie hinreichend silberarm, so werden sie zur Abschei-

dung der fremden Beimengungen, welche nur zum Theil durch das Blei ausgezogen worden, vom Kupfer einem Oxydationsprozess übergeben, dem Darren (Oker, Andreasberg) oder dem Verblasen und Gaarmachen (Altenau, Lautenthal).

Nach KARSTEN findet zwischen dem Kupfer- und Bleigehalt des Saigerbleies und der Kiehnstöcke derselben Arbeit ein constantes Verhältniss statt. Es enthielt z. B. zu Neustadt an der Dosse das Saigerblei auf 1 At. Cu 12 At. Pb; in den Kiehnstöcken war dieses Verhältniss umgekehrt. Das Werkblei zeigte in den verschiedenen Perioden des Saigerprozesses einen constanten Silber- und Kupfergehalt und dem Kupfer wurden etwa $^9/_{10}$ Silber entzogen.

b) Saigerwerke (Arm-, Mittel- oder Reichwerke) mit variablem Silbergehalt. Kommen entweder wieder zum Frischen oder zur Treibarbeit.

c) Saigerkrätz (Saigerdörner), hauptsächlich aus oxydirtem und metallischem Blei und Kupfer bestehend, welches sich gegen das Ende der Arbeit durch die erforderliche starke Hitze und bei nicht gänzlich zu vermeidendem Luftzutritt bildet. Kommt gewöhnlich zum Krätzfrischen oder Dörnerschmelzen (Oker, Altenau, Lautenthal, Neustadt an der Dosse).

Die dabei erhaltenen Krätzfrischstücke werden gesaigert, wobei erfolgen:

α) Krätzwerke, Dörnerblei, welches abgetrieben wird oder wieder zum Frischen kommt.

β) Krätz- oder Dörnerkiehnstöcke, werden durch Verblasen und Gaarmachen auf eine Kupfersorte von geringerer Qualität verarbeitet.

γ) Saigerkrätz, kommt wieder zum Krätzschmelzen.

4) Das Darren oder Verblasen der Kiehnstöcke.

Zweck. Beide Prozesse sind Oxydationsprozesse, welche zu einer weitern Reinigung des Kupfers von leichter oxydabeln Metallen dienen und dasselbe dadurch zu einem leichtern Gaarmachen vorbereiten sollen.

Wesen des Prozesses. A. Darrprozess (II. 401). Dieser besteht darin, dass man die Kiehnstöcke durch Flammenfeuer bei Luftzutritt

durchglüht, so dass das noch darin enthaltene silberhaltige Blei aussaigern, sich oxydiren und als leichtflüssiges Gemisch von Metalloxyden (Darrschlacke) in die Darrgassen des Darrofens (Taf. I. Fig. 16,17) gelangen kann, während das gereinigte Kupfer (Darrlinge) in ungeschmolzenem Zustande über den Darrgassen zurückbleibt.

Der Darrprozess ist hiernach eine Combination des Saiger- und Gaarmachprozesses. Die Saigerkrätze, welche sich beim Saigern nebenbei bildet, wird beim Darren unter dem Namen Darrschlacke absichtlich erzeugt. Da man jedoch den Oxydationsprozess bei Behandlung grosser Massen Kiehnstöcke nicht vollkommen in der Gewalt hat, so wird auch ein Theil Kupfer oxydirt und in die Schlacken geführt, während die Darrlinge nicht ganz frei von Blei und Silber erhalten werden und zur weitern Reinigung noch gaargemacht werden müssen.

Regeln beim Darren.

Es kommt bei der Darrarbeit darauf an, die Kiehnstöcke hinreichend lange auf einer angemessenen Temperatur zu erhalten, damit das Blei Zeit hat, sich aus dem Innern der Kiehnstöcke auf die Oberfläche zu begeben. Setzt man das Darren nicht lange genug fort, so bleibt zu viel Ag und Pb in den Darrlingen und diese Metalle gehen dann beim Gaarmachen verloren. Man beurtheilt den Prozess, ausser nach der Zeit, gewöhnlich nach der Farbe und sonstigen Beschaffenheit der Schlacke.

Combinirt Saigern u. Darren.

Auf dem Gustavsilberwerk[1]) zu Fahlun hat man den Darr- und Saigerprozess in einem Flammofen zweckmässig combinirt, indem man sorgfältig abgerösteten Bleistein mit bleiischen Vorschlägen sogleich zu Frischstücken verschmilzt. Es soll dabei eine sehr vollkommne Entsilberung ohne bedeutenden Bleiverlust erreicht werden. Wegen grosser Schwierigkeiten hat man auf anderen Hütten von der Anwendung dieses Prozesses abstehen müssen.

Producte v. Darren.

Beim Darrprozess erhält man folgende Producte:

a) Darrlinge mit 8—15% Pb und $1\frac{1}{2}$—2 Loth Ag. Sie werden auf dem grossen oder kleinen Gaarherd gaargemacht (Bd. II. S. 383, 397).

1) Bgwfd. XI, 601. — Gruetzner, die Augustinsche Silberextraction. 1851. S. 4.

b) Darrschlacken (Darrgeschur, Darrrost), enthalten, je nachdem sie im Anfange (geflossene, wilde, dunkle Darrschlacke) oder am Ende (mehr oder weniger rothe, gezogene Darrschlacke) des Prozesses fallen, verschiedene Mengen von Cu, Pb und Ag. Man gibt die Darrschlacken entweder ans Krätzfrischen ab, wie zu Oker, oder verschmilzt sie vortheilhaft, wie zu Neustadt an der Dosse, mit andern Pb, Cu und Ag reichen Abfällen (Pickschiefer, Darrsohle, Herd vom Treiben, Frischschlacken etc.) auf treibwürdiges Werkblei.

c) Darrsohle, Darrherd ist mit Darrschlacke durchdrungener Lehm oder Gestübbe, womit die Sohle des Darrofens aufgestampft war. Wird wie die Darrschlacke weiter benutzt.

d) Pickschiefer, ein mechanisches Gemenge von metallischem und oxydirtem Cu und Pb mit nicht unbedeutendem Silbergehalt, welches den Darrling beim Erkalten an der Luft rindenartig überzieht und mit Hämmern abgepickt werden muss (Andreasberg), wenn beim Gaarmachen der Darrlinge ein nicht zu bedeutender Kupferverlust entstehen soll. Weit bequemer entfernt man die oxydirte Oberfläche, wenn man die Darrlinge in noch glühendem Zustande in Wasser ablöscht (Oker). Der Pickschiefer wird ebenso, wie die Darrschlacke, weiter verwandt.

Wesen des Prozesses.

B. Verblasen der Kiehnstöcke (II. 401). Während das Darren in einem blossen Glühen der Kiehnstöcke bei Zutritt von atmosphärischer Luft besteht, so werden beim Verblasen die Kiehnstöcke auf einem Herd (Treibofen, Spleissofen) bei Flammenfeuer ganz in Fluss gebracht, und durch Hinzuleitung von Gebläseluft auf die Oberfläche des Metallbades wird die Oxydation der fremden Metalle bewirkt.

Anwendbarkeit des Verblasens.

Das Verblasen ist ein weit kräftigerer Oxydationsprozess, als das Darren und wird hauptsächlich zur Reinigung unreiner Schwarzkupfer angewandt. Es unterscheidet sich fast gar nicht von dem Gaarmachen auf dem grossen Herde (Bd. II. S. 397).

Während z. B. in Oker die silberhaltigen Schwarzkupfer (Rohrostschwarzkupfer) vor dem Frischen verblasen und somit gereinigt werden, so ist später ein Darren der

Kiehnstöcke hinreichend. In Altenau dagegen verfrischt man die bei den verschiedenen Steindurchstechen fallenden reinen Krätzschwarzkupfer direct und unterwirft dann die Kiehnstöcke einem Verblasen.

Es kann hiernach die Frage aufgeworfen werden: ist es vortheilhafter, die Schwarzkupfer vor dem Verfrischen zu verblasen und später die Kiehnstöcke zu darren (Oker), oder unterwirft man besser die Schwarzkupfer direct dem Frischen und verbläst dann die Kiehnstöcke (Altenau).

Wahl des Verblasens oder Darrens.

Bei sehr unreinem silberarmen Schwarzkupfer (Oker), wobei zur Erzielung treibwürdiger Werke ein 2maliges Frischen erforderlich ist, möchte das erste Verfahren vorzuziehen sein. In Oker wurden die Schwarzkupfer früher im glühenden Zustande zerschlagen und sofort dem Frischen unterworfen. Später hat man sie vorher verblasen und dadurch folgende Vortheile erreicht:

a) Man erhält eine geringere Menge Kupfer mit einem höhern Silbergehalt zur Saigerung.

b) Es resultirt demnächst ein viel besseres Gaarkupfer, namentlich wird der Entstehung eines glimmerigen Kupfers in Etwas entgegengewirkt.

c) Die Armwerke sind reiner und wirken deshalb bei der Verwendung zum Reichfrischen kräftiger aufs Silber.

d) Die Silberextraction ist vollständiger, indem einmal der beim Frischen schädliche Schwefelgehalt der Schwarzkupfer entfernt und durch den spätern Darrprozess noch ein nicht geringer Theil Silber im Pickschiefer und der Darrschlacke angesammelt wird, welcher beim Verblasen des entsilberten Schwarzkupfers verloren geht.

Man erhält zu Oker beim Verblasen von 60 Ctr. Schwarzkupfer aus der Bleiarbeit 52 Ctr. Granalien mit 5 Loth Ag und 9—10 Ctr. Verblasenschlacken; von 60 Ctr. Schwarzkupfer aus der Bleisteinarbeit 46 Ctr. Granalien mit 6—6½ Loth Ag und 16 Ctr. Schlacken.

Auf den Oberharzer Hütten ist das vorherige Verblasen der zu frischenden Schwarzkupfer meist nicht gebräuchlich; auf Andreasberger Hütte geschah es früher[1]),

1) Lamp., Fortschr. 1839. S. 99.

wurde dann aber unterlassen, so dass man die Kupfer gleich verfrischte, die Frischstücke saigerte, die Kiehnstöcke darrte, die Darrlinge verblies und das verblasene Kupfer gaar machte. Dieser Prozess unterschied sich von dem auf den andern Oberharzer Hütten dadurch, dass man die Kiehnstöcke vor dem Verblasen erst noch darrte.

oducte vom Verblasen.

Beim Verblasen der Kiehnstöcke fallen folgende Producte:

a) Verblasene Kiehnstöcke, werden gaar gemacht.

b) Verblasenschlacken, enthalten die meisten Unreinigkeiten der Kiehnstöcke und werden gewöhnlich einem eigenen Schmelzen mit andern Krätzen unterworfen, wobei Saigerstücke resultiren, die ein armes Werkblei und zuletzt ein Gaarkupfer von schlechter, glimmeriger Qualität liefern.

5) Die Krätzarbeiten (Dörnerschmelzen).

Allgemeines

Die bei den Saigerarbeiten erfolgenden kupfer-, silber- und bleihaltigen Abfälle (Geschur, Pickschiefer, Saigerkrätz, Darrschlacke, Darrherd, Ofenbrüche etc.) werden durch Verschmelzen für sich oder mit bleiischen Producten noch auf diese Metalle zu Gute gemacht, wobei man die silberhaltigen von den silberfreien Producten getrennt behandelt. Erhitzte Gebläseluft[1]) gab beim Verschmelzen solcher Abfälle nicht den gewünschten Erfolg.

§ 30. Beispiele für die Saigerung silberhaltiger Schwarzkupfer.

Unterharz

A. Zu Oker am Unterharze[2]) wurden bis vor einigen Jahren die Rohrostschwarzkupfer von der Kupferarbeit (Bd. II. S. 462) und der Kupferbleisteinarbeit (Bd. II. S. 463) mit 50—60% Cu und $3^3/_4$—6 Loth Ag im Ctr. verblasen, gefrischt, gesaigert, gedarrt und gaargemacht.

1) Das Verblasen und Granuliren. 60 Ctr. Schwarzkupfer werden auf einem, auf dem Steinherd *a* (Taf. I. Fig. 14, 15) ruhenden, aus einem Gemenge von Mergel und Gestübbe geschlagenen Herd *b* durch ein 3—4-stündiges Feuer ins Rothglühen, dann bei Zuführung von

1) Merbach, Anwendung der erwärmten Gebläseluft. 1840. S. 224.
2) Kerl, Rammelsberger Hüttenpr. Zweite Ausgabe 1861. S. 95.

Gebläseluft durch die Kannen *c* während 12—15 Stunden zum Schmelzen gebracht. Es wird sodann fortwährend so lange durch das Schlackenloch *d* Schlacke gezogen, bis eine mit dem Gaareisen geholte Probe (II. 393) eine hinlängliche Reinigung des Kupfers anzeigt. Hierauf reisst man unter dem mit Steinen lose zugesetzten grossen Schürloche *e* eine Gasse *f* auf und lässt das Kupfer in dünnem Strahl in ein mit einem Blechdeckel versehenes Wasserbassin *g* so einfliessen, dass den Kupferstahl ein durch *h* zugeleiteter Wasserstrahl trifft. Nachdem der Prozess beendigt ist, wird derselbe noch zweimal auf demselben Herde mit Einsätzen von 50 Centner Schwarzkupfer wiederholt.

Von 60 Ctr. Schwarzkupfer fallen bei einem Aufwand von 18—20 Stunden Zeit und 9—10 Schock Waasen 52 Ctr. Granalien mit 5 Loth Silber und 8—10% Nässe, sowie 9—10 Ctr. Verblasenschlacken mit 50—70% bleiischem Schwarzkupfer und etwas Kupferschlamm. Die folgenden Verblasen erfordern weniger Zeit und Brennmaterial.

2) Das Kupferfrischen. Man unterscheidet ein Arm- und Reichfrischen. Beim Armfrischen setzt man in dem Kupferfrischofen, einem Spurofen mit offenem Auge (Bd. I. Tafel VIII. Fig. 199, 200) auf die Kohlen 89 Pfd. nasse = 80 Pfd. trockne Granalien, gibt nach 10—12 Minuten, wenn die Kohlen weit genug niedergegangen sind, 120 Pfd. Glätte mit 76—88% Blei und 1/8 Loth Silber im Ctr. und 1 1/4 Ctr. Krätzwerke mit 7/8 Loth Silber im Ctr. zum ersten Frischstück auf, setzt darauf Kohlen mit etwas Coks und zu oberst wieder 89 Pfd. Granalien fürs zweite Frischstück.

Alsbald fliessen die vereinigten Bestandtheile des ersten Frischstücks (Kupfer und Blei) durch das Auge *f* in den Vortiegel *g* und werden in die eiserne Frischpfanne *i* abgestochen, während gleichzeitig mit dem Aufgeben von Beschickung und Kohlen in der eben angegebenen Weise fortgefahren wird. Bei normalem Gange fliessen Legirung und Schlacke, letztere durch Einwirkung des Bleioxydes auf das Ofengemäuer und die Asche des Brennmaterials gebildet, gleichmässig und ziemlich stark durch das Auge, die etwa

2" lange Nase ist abwechselnd hell und dunkel und die Gicht hell. Beim Reichfrischen werden auf 89 Pfd. nasse Granalien $2^1/_2$ Ctr. Armwerke gerechnet.

In 1 Campagne von 10—12 Stunden verfrischt man 51 Ctr. 60 Pfd. trockene Granalien bei einem Aufwand von 4 Karren Kohlen und 10 Balgen Coks und einem Erfolg von gewöhnlich 42 Arm- und 30 Reichfrischstücken, 6—8 Ctr. Frischschlacken mit 30—50 Pfd. Blei, $^1/_4$ Loth Silber und einigen Pfd. Cu im Ctr., sowie 1—2 Ctr. Ausschurkrätz. Ein Armfrischstück wiegt 297 Pfd., ein Reichfrischstück 347 Pfd. bei etwa 3 Zoll Dicke.

3) Saigern der Frischstücke. Man stellt auf die 5' 6" langen und 2' 6" breiten geneigten Saigerscharten *b* des Saigerherdes (Bd. I. Taf. VI. Fig. 138) in 3—5zölliger Entfernung 6—7 Saigerstücke vertikal auf und verhindert das Umfallen derselben durch Dazwischenstellen von Holzpflöcken. Dann umgibt man den Herd mit den Saigerblechen *f*, füllt die Zwischenräume zwischen den Saigerstücken mit Kohlen und beginnt in der Saigergasse *d* mit Holz zu feuern, worauf die Kohlen ins Glühen kommen.

Alsbald tröpfelt Werkblei durch die Saigerritze *c*, welches in den Sumpf *e* fliesst. Durch Oeffnen des Zuges *g* in der Brandmauer verstärkt man allmälig den Zug, erhöht aber die Temperatur nicht zu sehr, damit nicht zu viel Kupfer ins Werkblei geht. Von Zeit zu Zeit werden Saigergasse und Saigerritze gereinigt und bei guten Kohlen ist der Prozess nach 4—6 Stunden, wenn kein Blei mehr aussaigert, beendigt.

Man thut alsdann die Seitenbleche weg, kellt das Saigerblei, welches entweder nochmals zum Frischen kommt oder gleich abgetrieben wird, in Formen aus und reisst die entsilberten bleiischen Kupferstücke (Kiehnstöcke) mit eisernen Haken von den Saigerscharten. Die durch theilweise Oxydation von Pb und Cu entstandene Saigerkrätze wird separirt aufbewahrt.

Von 42 Arm- und Reichfrischstücken erfolgen bei einem Aufwand von $3^3/_4$ Karren Kohlen und $1^1/_4$ Malter à 80 Cbfss. Holz 65—70 Ctr. Kiehnstöcke, 68—70 Ctr. Armund 58—60 Ctr. Reichwerke und 40—43 Ctr. Saigerkrätz.

Die Kiehnstöcke werden noch gedarrt und im kleinen Herd gaar gemacht (Bd. II. S. 463), die silber-, kupfer- und bleihaltigen Abfälle beim Frisch- und Saigerprozesse aber dem Krätzfrischen (Bd. II. S. 463) unterworfen.

4) Darren der Kiehnstöcke. Der Darrofen hat nachstehende Einrichtung (Taf. I. Fig. 16, 17). *a* Darrbänke aus Barnsteinmauern, zu beiden Seiten mit Eisenplatten versehen. *b* Darrgasse. *c* Darrsohle aus Barnsteinen aufgemauert und mit Gestübbe überkleidet. *d* Schieber, aus Eisenstäben zusammengesetzt, die Zwischenräume ausgemauert. Der Schieber bewegt sich in der eisernen Leitung *f* und ist mit einer Beobachtungsöffnung versehen, die unter der Klappe *e* liegt. Durch ein Gegengewicht *g* wird die Regierung des Schiebers erleichtert. *h* Zugöffnungen in der Hinterwand. *i* Zugöffnungen im Gewölbe *n*. *k* Schürloch. *l* Flammenloch. *m* Feuerbrücke. *n* Gewölbe. *o* Rauhgemäuer. *p* Rost. *q* Wasserbassin.

Das Darren der bleiischen Kiehnstöcke geschieht in der Weise, dass man 100 bis 130 Ctr. davon auf die Darrbänke *a* und über die Darrgassen *b* des Darrofens setzt, durch den Schieber *d* das Gewölbe verschliesst und durch ein 4stündiges Holzfeuer in beiden Windöfen *p* die Masse ins Rothglühen bringt. Dann beginnt man eine etwa 10stündige Feuerung mit Holzscheiten in den Darrgassen, indem man mittelst der Zugöffnungen in der Decke das Feuer allmälig von hinten nach vorn leitet. Sobald die anfangs dünnflüssige dunkle Schlacke anfängt, nur spärlich und mit rother Farbe bei grösserer Zähigkeit in den Darrgassen zum Vorschein zu kommen, zieht man die abgedarrten Kiehnstöcke (Darrlinge) mit 85 bis 90% Kupfer und 1 bis 1½ Loth Silber im Ctr. in ein mit Wasser gefülltes Bassin, wobei die silberhaltige oxydirte Kruste, welche sich beim Gaarmachen verschlacken würde, als Pickschiefer mit 75 bis 80% bleiischem Kupfer und 1½ Loth Silber im Ctr. abspringt. Man erhält von 130 Ctr. Kiehnstöcken in 12 bis 14 Stunden Zeit mit 7 Mltr. Rösteholz etwa 89 Ctr. Darrlinge, 35 Ctr. Darrschlacke und 14 Ctr. Pickschiefer.

Seit einigen Jahren ist der Frisch- und Saigerprozess abgeworfen. Das beim Erzschmelzen fallende silberreiche

Königskupfer (II. 461) wird mit Schwefelsäure behandelt (§. 92) und der silberhaltige Rückstand verbleit, der Rohstein aber auf Rohrostschwarzkupfer (II. 462) verschmolzen und dieses nach vorherigem Verblasen auf dem kleinen Herd gaar gemacht.[1]) Man hat bei diesem Verfahren gegen die Saigerung einen bedeutenden Gewinn erzielt wegen weit grösseren Gold- und Silberausbringens, guter Verwerthung des Kupfers im Kupfervitriol und Ersparung an Materialkosten.

Oberharz. B. Auf den Oberharzer Hütten[2]) werden dem Saigerprozesse diejenigen silberhaltigen Schwarzkupfer unterworfen, welche beim Verschmelzen der gerösteten Kupferbleisteine (Bd. II. S. 464) erfolgen, und zwar werden diese Prozesse zur Altenauer, Lautenthaler und Andreasberger Hütte ausgeführt.

Auf den erstern beiden Hütten wird das in Stücke zerschlagene Schwarzkupfer mit $3^3/_4$—$8^3/_4$ Loth, durchschn. mit 5 Loth Silber (1 Loth = 3 Quint) in Sätzen von $2^3/_4$ Ctr. Blei zu 1 Ctr. Schwarzkupfer in einem Spurofen mit offenem Auge (Bd. I. Taf. VIII. Fig. 199, 200) bei Anwendung von Holzkohlen gefrischt. Auf 1 Frischen von 50 – 51 Ctr. Kupfer gibt man 140 Ctr. 25 Pfd. Frischblei, wobei in 7—8 Stunden 60—65 Maass Kohlen verbraucht werden. Die Frischstücke werden auf Herden abgesaigert, die dabei erfolgenden Saigerwerke mit $2^1/_8$—$2^3/_8$ Loth Silber abgetrieben und die Kiehnstöcke mit $^1/_4$—$^3/_4$ Loth Silber und etwa $^1/_4$ ihres Gewichts Blei in Quantitäten von 40—44 Ctr. zur Altenauer Hütte in einem, einem Treibofen ähnlichen Spleissofen von 10′ Durchmesser (Bd. I. Taf. XI. Fig. 271, 272) verblasen, sodann im kleinen Herd gaar gemacht.

Zur Andreasberger Hütte werden die Kiehnstöcke vor dem Verblasen gedarrt, um in dem Pickschiefer einen Theil des in den Kiehnstöcken enthaltenen Silbers auszuziehen und beim Krätzfrischen zu gewinnen.

Vom Jahre 1865 an tritt zur Altenauer Hütte statt der Saigerung die Behandlung des Schwarzkupfers mit Schwefelsäure ein. Bei ersterer hatte man im Jahre 1862/3

1) Kerl, Rammelsberger Hüttenpr. 2. Ausgabe. 1861. Anhang S. 45.
2) Kerl, Oberh. Hüttenprozesse. 2. Aufl. 1860. S. 522, 640, 674, 699.

in Procenten der Anlage Verlust an Cu 18%, an Pb 54,8% und an Ag 48%.

Fahlun.

C. Saigerprozess zu Fahlun auf Gustav's III. Silberwerk.[1]) Die beim Verschmelzen kupfer- und silberhaltiger Bleierze erhaltenen Kupfersteine (Bd. II. S. 185) mit 3½ Loth Silber werden nach gehöriger Verröstung mit Quarz, Glätte und Herd zusammengeschmolzen, wobei man etwas Werkblei und Frischstücke erhält. Diese werden in einem eigenthümlich construirten Flammofen einem combinirten Saiger- und Darrprozess unterworfen. Diese Methode soll wegen des unbedeutenden Bleiverlusts und der vollständigeren Ausziehung des Silbers dem gewöhnlichen Saigerprozess vorzuziehen sein, namentlich soll sie sich als die vortheilhaftere herausstellen, wenn man silber-, blei- und kupferhaltige Erze zu verhütten hat und also alle 3 Metalle gewinnen will.

Früherer Mansfeldscher Prozess.

D. Aelterer Prozess auf der Saigerhütte bei Hettstädt im Mansfeldschen. Die Saigerung der Mansfelder silberhaltigen Schwarzkupfer (Bd. II. S. 527) geschah bis zum Jahre 1831.[2]) Sie wich dann der Amalgamation der Kupfersteine (§. 69), weil sich mittelst derselben das Silber vollständiger ausziehen und ein besseres Kupfer darstellen liess. Kaum hatte diese über den höchst unvollkommenen, Zeit und Geld raubenden Saigerprozess (man musste alles Blei kaufen) den Sieg davon getragen und war zu einem noch nicht übertroffenen Grad von Vollkommenheit gebracht, als auf dem Felde der Metallurgie durch die hüttenmännische Intelligenz zweier Mansfelder Beamte hervorgerufen, fast gleichzeitig 2 neue einfachere Entsilberungsmethoden für die Kupfersteine auftauchten, nämlich Augustin's Methode der Kochsalzlaugerei (§. 79) und Ziervogel's Methode der Wasserlaugerei (§. 86). Bei Versuchen im Grossen hat sich Ziervogel's Prozess als der vortheilhaftere herausgestellt, weshalb derselbe current eingeführt ist.

1) Bgwfd. XI, 606.
2) Lampad., Hüttenk. II. Bd. II. Th. S. 192. Dess. Suppl. I, 37. II, 208. — Hartm., Repertor. II, 493.

Grünthal.

E. Saigerprozess zu Grünthal in Sachsen.[1]) D Saigerhütte Grünthal an der böhmischen Grenze ve arbeitete früher grösstentheils das bleiische silberhalti Schwarzkupfer von der Freiberger Kupferarbeit (Bd.] S. 562). Die bedeutenden Transportkosten, sowie die U vollkommenheiten des Saigerprozesses gaben Veranlassun die Entsilberung der im Flammofen concentrirten bleiisch Kupfersteine nach AUGUSTIN's Methode (§. 79) zu versuche welche Versuche aber nicht zu dem erwünschten Ziele g führt haben, wohl aber die jetzt als current betriebene Behan lung der gerösteten Leche mit Schwefelsäure (§. 91).

Neustadt an der Dosse.

F. Saigerprozess zu Neustadt an der Dosse. Derselbe zeichnet sich besonders durch eine zweckmässi Verwendung der Zwischenproducte aus.

ZWEITER ABSCHNITT.

Abscheidung des Silbers aus dem Werkblei.

Abtreibeprozess.

§. 31. Allgemeines. Bis zum Jahre 1833 bedien man sich zur Trennung des Silbers vom Blei eines d ältesten Hüttenprozesse, des Abtreibens, eines oxydire den Schmelzens, wobei das Blei sich oxydirt und als Glät von dem zum Sauerstoff nur wenig verwandten Silber e fernt wird. Die Glätte bedarf dann zur Umwandlung i Blei noch einer Reduction. Wegen der nicht unbedeutend Metallverluste und Kosten dieser Arbeiten rentirt der A treibeprozess nur bei einem gewissen nicht zu geringen Silbe gehalt des Werkbleies, dessen zulässige Minimalgrösse hau sächlich von Localverhältnissen, namentlich von Materialpr sen und Arbeitslöhnen abhängt. Bleie mit 6—8 Pfdthln. Silb im Centner (0,06—0,08%) können zuweilen noch treibwür

1) LAMPAD., Hüttenk. II. 1. S. 266. — LAMPAD., äussere u. chemis Characteristik der Grünth. Saigerhüttenproducte. ERDM., J. f. Ch. XI, 321. — MERBACH, Anwendung der erwärmten Gebläsel 1840. S. 210. — Freib. Jahrb. 1853. S. 228.

2) KARST. Met. V, 427. — KARST. Arch. IX. S. 1. — Ann. des mi XI, 469.

sein, gewöhnlich werden sie aber nicht unter einem Gehalte von 9—12 Pfdthln. (0,12%) vertrieben.

Der Umstand nun, dass viele englische Bleierze[1]) in der Regel nicht mehr als 9—14 Unzen[2]) Ag per Tonne (3—5 Pfdthl. im Centner oder 0,03—0,05%) enthalten, so dass das daraus dargestellte Blei nicht treibwürdig ist und sein Silbergehalt nicht zur Bezahlung kommt, veranlasste 1833 HUGH LEE PATTINSON[3]) in Newcastle zur Erfindung einer Methode (Pattinson'scher Krystallisationsprozess), den Silbergehalt armer Bleie (bis herab zu 3 Unzen per Tonne = 0,9 Pfdth. im Centner = 0,009% Ag) so weit zu concentriren, dass neben sehr silberarmem Handelsblei treibwürdige Werke erfolgen. Nach FALLIZE[4]) bezahlen belgische Pattinsoniranstalten das Silber im Blei nur, wenn letzteres in 1000 Kil. 200 Gramm = 2 Pfdthl. im Centner Ag enthält und die Entsilberungskosten sich durchschnittlich auf 42 Frs. pro Tonne (1000 Kil.) Blei belaufen; in England[5]) wird der Silbergehalt des Bleiglanzes meist nur dann bezahlt, wenn er bei 83% Bleigehalt mehr als 5 Unzen pro Tonne, d. h. 139,2 Grm. in 1000 Kil. beträgt. Dieser Prozess hat eine allgemeine Verbreitung gefunden und ist aus später zu erwähnenden Gründen auch für schon treibwürdige Werke angewandt worden.

Pattinson's Krystallisationsprozess.

PARKES' Entsilberungsmethode des Bleies durch Zink ist meist wieder verlassen.

Entsilberung durch Zink.

Erstes Kapitel.

Pattinson'scher Krystallisationsprozess.

§. 32. Allgemeines. Dieser Prozess beruht auf der Erfahrung, dass sich aus in einem gusseisernen Kessel ge-

Wesen des Prozesses.

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 297, 412.
2) 1 Unze pro Tonne = c. 0,3 Pfdthl. im Centner; 1 Pfdthl. im Centner = $^1/_{10000}$ = 0,01%.
3) Ann. d. min. 1836. X, 381. ERDM., J. f. pr. Chem. X., 321. DINGL. Bd. 65. S. 386.
4) B. u. h. Ztg. 1860. S. 359.
5) B. u. h. Ztg. 1858. S. 364.

schmolzenem silberhaltigen Blei beim Abkühlen K:
ausscheiden, welche, mittelst eines durchlöcherten
ausgeschöpft und so von der Mutterlauge getrenn
ärmer an Silber sind, als die ursprüngliche Legirun
der Silbergehalt sich in dem flüssig bleibenden The
der Mutterlauge, anreichert. Die Krystalle erschein
reinerem Blei als sehr kleine mit einer Ecke aufgew
Octaëder von gestrickter Gestalt, häufig buschförmig g
durch Fortwachsen in nur einer Richtung und vo
Ansehen langer vierseitiger Pyramiden; je reicher das
blei wird, um so feiner werden die Krystalle, vereinig
weniger zu grösseren Massen und lassen sich weni
von der Mutterlauge trennen.

Die Krystalle nehmen, je weiter sie entarmt si
je reiner das Blei geworden, eine grauere, zum A
geneigtere Farbe an, es entstehen isolirte gröbere und
rere Krystalle, welche, von der Oberfläche aus ents
sich rascher zu Boden setzen, als in den Anreichl
in denen sich die Unreinigkeiten concentrirt haben.

Eine gänzliche Trennung des Silbers vom Bl
sich nicht erreichen, indem die Krystalle immer etwa
von anhaftender Mutterlauge — als krystallisirte S
wohl nicht chemisch — zurückhalten. Zu Anfang d
stallisation sind die Krystalle am silberärmsten, wer
doch um so reicher, je mehr die flüssige Masse im
sich verringert, also das Silber darin sich angereich
Versuche in Freiberg ergaben in dieser Beziehung
STETEFELDT nachstehende Resultate, indem von Bl
2,25 Pfdthl. Ag im Centner von 10 zu 10 Ctr. K
genommen und auf ihren Silbergehalt untersucht wu

1.	Ctr.	enthielt	0,8	Pfdthl.
10.	„	„	0,85	„
20.	„	„	0,90	„
30.	„	„	0,95	„
40.	„	„	1,05	„
50.	„	„	1,10	„
60.	„	„	1,15	„
70.	„	„	1,20	„
80.	„	„	1,20	„

90. Ctr.	enthielt	1,25	Pfdthl.
100. „	„	1,25	„
110. „	„	1,30	„
130. „	„	1,45	„
155. „	„	2,05	„
180. „	„	2,95	„

Es verhält sich danach der Gehalt der Krystalle zum Durchschnittsgehalt 2,25 Pfdthl. beim

1. Ctr.	= 1 : 2,81
50. „	= 1 : 2,04
100. „	= 1 : 1,80
130. „	= 1 : 1,55
155. „	= 1 : 1,09
180. „	= 1 : 0,77

Danach sind bei einer Kesselfüllung von 200 Ctr. in den ersten 126 Ctrn. Krystallen 1,14, in den nächsten 54 Ctrn. 2,6 und in 20 Ctr. Mutterlauge 7,2 Pfdthl. Ag im Ctr.

Durch Wiederholung der Krystallisationen in einer Reihe Kessel (Batterie) mit den Krystallen sowohl, als mit der Mutterlauge lässt sich resp. die Entarmung so weit treiben, als man will — wo indess ökonomische Rücksichten die Grenze vorschreiben —, während die Anreicherung nur bis zu einem gewissen Grade, wie Versuche in Freiberg[1]) gezeigt haben, nur bis zu 2¹/₄% Silber geschehen kann.

Je mehr man sich dieser Grenze nähert, um so langsamer und später tritt die Krystallbildung ein, die ganze flüssige Masse zeigt Neigung zum Erstarren und die nur mit Mühe zu schöpfenden Krystalle haben nahe denselbon Silbergehalt, als die zurückbleibende Mutterlauge. Durch eine Reihe von Krystallisationen, deren Anzahl die geringe Schärfe der einzelnen Krystallisationen ausgleicht, trennt man das Werkblei allmälig in einen kleinen sehr reichen Theil, Reichblei, und einen grösseren, sehr silberarmen, Armblei. Man geht aus obigem Grunde mit der Anreicherung des Silbergehaltes im Reichblei, welches zum Abtreiben kommt, meist nicht über 1,7% hinaus, während

1) Freib. Jahrb. 1862. S. 185. B. u. h. Ztg. 1862. S. 251, 328.

die Entarmung in dem in den Handel gehenden Armblei bis auf 0,001 (Tarnowitz, Altenau) fortgesetzt werden kann.

Wie schon von BERTHIER und BERZELIUS [1]) nachgewiesen worden, wird, sobald der Silbergehalt nicht über eine gewisse Grenze geht, der Schmelzpunct des Bleies durch eine Legirung desselben mit Silber herabgezogen. Diese Legirung löst sich, als chemische Verbindung, in überschüssigem Blei auf, welches letztere aber als der strengflüssigere Bestandtheil beim Abkühlen bis zu einer gewissen Temperatur auskrystallisirt, während der leichtflüssigere silberreichere Theil in der Mutterlauge bleibt. Steigt aber der Silbergehalt über ein gewisses Verhältniss, kommen z. B. auf 1 Silber 3 oder gar 1 Blei, so ist die entstehende Legirung strengflüssiger, als reines Blei und es treten die oben bei den Freiberger Versuchen erwähnten Erscheinungen ein.

Krystallisirsysteme.

Je nach der verschiedenen Theilung des Einsatzbleies in Krystalle und Mutterlauge, welche auf unendlich viele Weisen bewerkstelligt werden könnte, haben sich in der Praxis besonders nur 2 Systeme herausgebildet, das Drittel- und Achtelsystem. [2]) Bei ersterem schöpft man bei jeder Krystallisation $^2/_3$, bei letzterem $^7/_8$ des Kesselinhalts dem Volum nach an Krystallen aus, so dass resp. $^1/_3$ und $^1/_8$ Mutterlauge zurückbleibt. Um zu wissen, wann die erforderliche Menge Krystalle ausgeschöpft ist, legt man einen Stab mit rechtwinklig daran befestigtem Arm über den Kessel. Man hört mit Schöpfen auf, wenn der Arm die Oberfläche des Metallbades berührt, indem man vorher eine bestimmte Menge Blei in dem Kessel eingeschmolzen und nach dessen Stand die Länge des Armes normirt hat.

Achtelmethode.

Die Achtelmethode gestattet eine rasche Anreicherung des Silbergehaltes und empfiehlt sich deshalb besonders für silberarme Bleie, welche gleichzeitig möglichst rein sein müssen, weil sonst wegen der geringern Anzahl passirter Kessel, in denen jedesmal durch Krätzbildung eine Reinigung eintritt, sich die Beimengungen nicht hinreichend abscheiden können; sie erfordert nur wenig Kessel (3 — 6), weil

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 136.
2) BEAUJEAN in B. u. h. Ztg. 1858. S. 247.

nicht immer sämmtliches Blei in Arbeit ist, sondern ein Theil der Krystalle mit mittleren Silbergehalten zur Seite gestürzt oder ausgekellt und so lange aufbewahrt wird, bis eine Kesselfüllung davon vorhanden ist und in Arbeit genommen werden kann. Bei reicherem Werkblei würden auf diese Weise eine grosse Anzahl Vorräthe mit dem verschiedensten Silbergehalt aufbewahrt werden müssen und dadurch der Prozess an Uebersichtlichkeit verlieren und an Complicirtheit zunehmen.

Drittelmethode.

Man wendet deshalb für silberreichere und weniger reine Bleie die Drittelmethode an, bei welcher das ganze zu bearbeitende Bleiquantum stets in den Kesseln bleibt und nichts zur Seite gestürzt wird. Dabei hat man eine übersichtlichere, stetige Arbeit und gelangt bei grösserer Bleiproduction am raschesten zu reinem Blei, bedarf aber dazu einer um so grösseren Anzahl Kessel (bis 15), je silberreicher (bis 45 Pfdthl.) das Einsatzblei ist.

Auf englischen Werken, wo Werkbleie von dem verschiedensten Silbergehalt zum Ankauf kommen, combinirt man zur raschesten Entarmung des Bleies zuweilen mehrere Krystallisirmethoden, wendet auch wohl bei im Silbergehalte sich gleich bleibenden Werken beim Concentriren des Silbers vom Einsatzkessel aus nach oben ein anderes System (das Drittelsystem) an, als nach abwärts (z. B. krystallisirt man $^6/_7$ über), und zwar bei verschiedener Kesselfüllung.

Damit eine stets gleichmässige Entarmung und Anreicherung des Bleies stattfindet, sucht man in jedem Kessel der Batterie einen constant bleibenden Silbergehalt des Bleies zu erzielen, was man durch eine sorgfältige Controle der Arbeit und fortwährendes Probiren der Kesselinhalte erreicht; nimmt man in Folge von ungenauer Arbeit, Einsatz reicherer Werke etc. dabei Schwankungen, namentlich zu geringe Entarmung wahr, so lassen diese sich durch geeignetes Manipuliren, fractionirte Kesselfüllungen, Zusatz von Blei mit entsprechendem Silbergehalt etc. wieder beseitigen; man muss den Stand der Batterie wieder zurückbringen. Dies geschieht gewöhnlich dadurch, dass man das letzte Drittel nicht wie gewöhnlich um 1, sondern um 2 oder 3 Kessel zurücksetzt. Dadurch findet aber ein grösserer Zeit-

und Brennmaterialaufwand statt und der nach dem ausgebrachten Blei bezahlte Arbeiter hat vergebliche Arbeit.

STETEFELDT[1]) hat versucht, auf Grund zur Altenauer Silberhütte auf dem Oberharze angestellter Versuche ein mathematisches Gesetz aufzufinden, nach welchem die Ab- und Zunahme des Silbergehaltes im Blei bei den einzelnen Krystallisationen stattfindet; allein mechanische Schwierigkeiten beim Krystallisiren haben dabei störend influirt. Im Allgemeinen lässt sich annehmen, dass bei der Drittelmethode die geschöpften Krystalle etwa halbmal und die Mutterlauge doppelt so reich sind, als die geschöpfte Legirung. Dieses Verhältniss bleibt bei den Entarmungskesseln constanter, als bei den Anreichkesseln; so nimmt z. B. zur Altenauer Hütte der Silbergehalt vom 8. Kessel ungefähr immer um ½ Quint (Pfdthl.) ab:

Silbergehalt	im	8.	Kessel	4,5 —5,0	Quint.
„	„	9.	„	2,5 —3,0	„
„	„	10.	„	1,5 —1,8	„
„	„	11.	„	0,75 0,88	„
„	„	12.	„	0,44—0,50	„
„	„	13.	„	0,22--0,30	„

[B]ildung von [Zw]ischenkrystallen.

In der Praxis stellt sich dasjenige System in ökonomischer Beziehung am günstigsten, bei welchem zur Erlangung eines hinreichend entarmten Bleies die wenigsten Kesselschöpfungen nöthig sind und in dieser Beziehung hat man neuerdings in Freiberg vor dem reinen Drittelsystem einem solchen mit gleichzeitiger Bildung von Zwischenkrystallen den Vorzug gegeben, während dasselbe, schon vor längerer Zeit in England[2]) angewandt, daselbst meist wieder verlassen zu sein scheint. Hierunter begreift man die Theilung einer Kesselfüllung in mehr als 2 Theile, z. B. in 3 Theile in der Art, dass man z. B. von einer Kesselfüllung von 200 Ctr. erst 130 Ctr. Krystalle in gewöhnlicher Weise überschöpft und dann 50 Ctr. Zwischenkrystalle, worauf noch 20 Ctr. Mutterlauge zurückbleiben. Der Stand der Batterie, d. h. der Silbergehalt der einzelnen Kessel bleibt constant derselbe,

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 64, 69, 77.
2) TUNNER, Leoben. Jahrb. 1852. S. 143. RIVOT, traité de métallurgie. 1860. II, 357.

dagegen sind wegen günstigerer Silbervertheilung weniger Schöpfungen und somit weniger Kosten erforderlich, der Prozess wird aber complicirter.

Hinsichtlich des Gehaltes der Zwischenkrystalle lassen sich 3 Fälle unterscheiden; dieselben haben einen gleichen Gehalt mit der geschöpften Legirung, wo man sie dann auf den Kesselrand thut und beim frischen Besetzen des Kessels wieder mit einzieht (England), oder sie haben einen grösseren Gehalt, als die geschöpfte Legirung, wobei die Krystalle in den nächst niedrigeren, die Zwischenkrystalle in den nächst höheren und die Mutterlauge in den zweit höheren Kessel kommt (Freiberg), oder sie sind ärmer als die geschöpfte Legirung, wo dann die Krystalle in den zweit niedrigen, die Zwischenkrystalle in den nächst niedrigen und die Mutterlauge in den nächst höheren Kessel zu schöpfen ist.

Auch diese 3 Fälle sind von STETEFELDT[1]) einer sehr geistreichen mathematischen Beleuchtung unterzogen; in der Praxis kommt nur der mittlere zur Anwendung. Mag ein System angewandt werden, welches wolle, so sucht man die Batterie zunächst auf den normalen oder tiefsten Stand zu bringen durch passendes Verfahren beim Besetzen der Kessel, durch Ueberkrystallisiren verschiedener Bleimengen etc. Dieser Stand ist erreicht, wenn bei einer bestimmten Füllung und einem constanten Silbergehalt jedes Kessels Reich- und Armblei regelmässig aus der Batterie erfolgen; dann beginnt der normale Betrieb, wobei das Krystallschöpfen entweder nur von einer oder von 2 gegenüberstehenden Seiten des Kessels (Oberharz) zugleich geschieht. Bei letzterem Verfahren wird, was den Prozess begünstigt, die Krystallbildung fortwährend gestört und die von der Kelle auf der einen Arbeitsseite zusammengedrückten Krystalle von der an der andern Seite eingeführten Kelle wieder aufgerührt.

Um die Batterie möglichst rasch auf den tiefsten Stand zu bringen, müssen Bleie mit verschiedenem Silbergehalte vorräthig sein, mit denen man die entsprechenden Kesselfüllungen ergänzen kann.

---

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 297, 381.

nflüsse beim ttinsoniren.

Von wesentlichem Einfluss auf den Erfolg des Pattinsonirens ist unter anderem:

'emperatur.

1) die richtige Leitung der Temperatur. Ist dieselbe zu hoch, so tritt eine zu schwache Krystallbildung ein, während bei zu niedriger Temperatur die Masse fast gleichförmig erstarrt und keine hinreichende Separation stattfindet. Zur möglichst gleichmässigen Erhitzung des Kesselbodens und der Wandungen sind letztere unter dem Rande noch mit einem Canal zur Circulation der abziehenden Feuergase umgeben.

Grösse des Einsatzes.

2) Die Menge des Einsatzbleies und die Grösse der Kessel. Erstere muss mindestens 50—100 Ctr. betragen, weil sonst der Uebergang aus dem flüssigen in den festen Zustand so schnell erfolgt, dass nicht hinreichende Zeit zum Ausschöpfen der Krystalle aus der flüssigen Mutterlauge bleibt. Aber auch die Vermehrung der Grösse des Einsatzes behuf Steigerung der Production hat ihre Grenze wegen der damit wachsenden schwierigeren Arbeit, und es muss stets mit der Vergrösserung des Bleivolums auch eine entsprechende Vergrösserung der Kesseloberfläche stattfinden, weil diese von Einfluss auf die Ausstrahlung und somit auf die Erkaltung ist. In England hat man Kessel für 6—10 Tonnen à 20 Ctr. = 180—200 Ctr. Einsatz, bei welchem letzteren Quantum man sich zum Herausholen der mit Bleikrystallen gefüllten Kelle häufig eines Krahnes bedient. Auf den Oberharzer Hütten beträgt der Einsatz z. B. 225—250 Ctr. ohne mechanische Vorrichtungen, in Freiberg 200 Ctr., zu Tarnowitz 240 Ctr. etc.

Silbergehalt es Einsatzbleies.

3) Der Silbergehalt des Einsatzbleies. Dieser influirt hauptsächlich auf die Anzahl der zur hinreichenden Entarmung nöthigen Kessel, die Wahl des Einsatzkessels und die Anzahl der erforderlichen Krystallisationen. PATTINSON erfand seinen Prozess hauptsächlich zur Anreicherung silberarmer Bleie (1—4 Pfdthl. Ag im Centner), wobei derselbe den meisten Vortheil gewährt, indem man nach der Achtelmethode bei wenigen Kesseln durch ein paar Krystallisationen die erforderliche Concentration des Silbergehaltes erreicht. Mit steigendem Silbergehalt wachsen Zeitaufwand, Arbeitslöhne und Materialaufwand und die Anzahl der Kessel

muss behuf hinreichender Entarmung des Bleies vermehrt werden (8—15 beim Drittelsystem).

Vergleichung des Pattinsonirens und Abtreibens.

Trotzdem hat der Prozess doch auf vielen Hüttenwerken auch bei reicheren Bleien (mit 12—45 Pfdthln. Ag im Centner) im Vergleich zum Abtreiben nachstehende Vortheile ergeben:

a) Bei der niedrigen Temperatur, in welcher das Pattinsoniren ausgeführt wird, ist der Blei- und meist der Silberverlust geringer, als beim Abtreiben und zugehörigen Glättfrischen allein, da zu den letzteren Arbeiten nur ein Bruchtheil vom ganzen Werkblei, das Reichblei, kommt, während das Armblei gleich Handelswaare ist. Ausserdem lässt sich die Entsilberung des Bleies durch Pattinsoniren beliebig weit fortsetzen, nicht aber beim Abtreiben und Frischen der Glätte. Während bei reineren Bleien der Bleiverlust beim Pattinsoniren incl. des Abtreibens 1,5—3%, bei unreineren Werken 4—5% beträgt, so kommt derselbe beim Abtreiben und Glättfrischen auf 8—12%. Der Bleiverlust beim Pattinsoniren entsteht ausser auf mechanischem Wege hauptsächlich durch Bildung von Krätzen auf der Oberfläche des flüssigen Bleies und deren weitere Verarbeitung, und er ist um so grösser, je unreiner die Werke und je grösser die Anzahl der erforderlichen Kesselschöpfungen. Der Silberverlust entsteht theils mit dem Bleiverlust, theils durch den Rückhalt an Silber im Armblei; wie bemerkt, pflegt derselbe beim Pattinsoniren geringer zu sein, als beim Abtreiben allein, kann aber auch dadurch grösser werden bei ersterem, dass wegen Mangels an der Bleierzschmelzarbeit entzogenen bleiischen Treibzuschlägen die Entsilberung geschwächt und die Schlacke silberreicher wird oder der Verlust beim Treiben der Reichwerke wegen des darin concentrirten Antimongehaltes steigt.

Man spart, wie Versuche auf den Oberharzer Hütten[1]) ergeben haben, beim Pattinsoniren von Werkbleien mit höheren Silbergehalten und den dadurch erforderlich werdenden häufigeren Krystallisationen gegen das Abtreiben an Löhnen und Materialaufwand nichts, ja die Kosten dafür können sich noch höher belaufen und der ganze Betrieb verlangsamt sich, aber die Kosten werden bis zu einem ge-

1) Frenzel in B. u. h. Ztg. 1864.

wissen Grade durch das höhere Bleiausbringen und d grössere Reinheit des Bleies gedeckt. So ist auf den ebe bezeichneten Hütten das Pattinsoniren des Werkbleies m 18—20 Pfdthln. Ag im Ctr. nur dann noch vortheilha wenn der Handelspreis des Bleies nicht viel unter 4 Thl per Ctr. herabgeht.

Der Grad der Anreicherung und Entarmung hat nebe dem ursprünglichen Silbergehalt der Werke auch eine Einfluss auf den ökonomischen Punct; man geht mit erst rer aus angeführten Gründen (S. 123) nicht viel über 1,5—1,6% mit letzterer bis 0,003--0,001%.

b) ein reineres Blei, welches einen höhern Handel werth hat.

c) weniger geschickte, als kräftige und aufmerksam Arbeiter, deren Gesundheit durch Bleidämpfe weniger leide

Qualität des Werkbleies.

4) Die Reinheit des Werkbleies. Je reiner di Werke, um so rascher und vollständiger gelingt die Ent silberung und um so reiner fällt das Armblei aus. Ei Kupfer-, Antimon- und Arsengehalt erschwert di Krystallbildung, die Mutterlauge haftet mehr an den Ble krystallen, so dass zur Erreichung einer vollständige Entsilberung mehr Krystallisationen erforderlich sind, un das Armblei enthält immer, wenn auch geringe Antheil von den bezeichneten Verunreinigungen, obgleich solch grossentheils in der Mutterlauge sich anreichern.

Am meisten geht Arsen mit in die Krystalle, desgleiche Kupfer, wenn es in grösserer Menge vorhanden (II. 838).

Während es bei reineren Einsatzbleien genügt, de nach dem Einschmelzen auf der Oberfläche abgeschiedene Bleidreck (Bleikrätz, Schlicker, Schaum) wiederholt abzu ziehen (Tarnowitz), so bedarfs bei unreineren Werken z. B. auf den Oberharzer Hütten, eines Polens (II. 278 oder eines noch kräftigeren Oxydationsprozesses, einer Raf fination [1]) im Flammofen (II. 280), z. B. in Stolberg, i England, in Freiberg etc. Bleiben kupferhaltige Schlicke längere Zeit bei höherer Temperatur mit dem Blei in Be rührung, so kann aus denselben von letzterem wieder Kupfe

1) Polen oder Raffiniren: B. u. h. Ztg. 1862. S. 297.

aufgenommen werden (II. 277). Weniger störend ist ein Eisen- und Zinkgehalt im Blei, der überall nur in geringen Mengen darin vorkommt (II. 276); ersterer kann aber demnächst beim Abtreiben der Reichwerke grüngefärbte Glätten geben (Tarnowitz).

Auch bei einem gereinigten Blei scheidet sich in den verschiedenen Kesseln auf dem flüssigen Blei Bleidreck mit variablem Silbergehalt und mechanisch beigemengtem Blei ab. Die Aufarbeit dieser Krätzen veranlasst beim Pattinsoniren hauptsächlich den Blei- und Silberverlust.

5) Die Zahl der Arbeiter. Man schöpft entweder nur von einer Seite oder von beiden Seiten die Krystalle, wobei auf jeder Seite zwei Arbeiter sein müssen. Letzteres Verfahren ist dem ersteren vorzuziehen, weil dabei die entstehenden Krystalle schneller weggenommen werden und der Prozess sich in einer Zeit beendigen lässt, wo die Abkühlung noch nicht zu weit fortgeschritten ist. Auch geht die Arbeit rascher. Das Pattinsoniren erfordert überhaupt mehr Arbeiter, als das gewöhnliche Abtreiben und Frischen.

Producte vom Pattinsoniren.

Als hauptsächliche Producte erfolgen beim Pattinsoniren:

1) Reichblei, gewöhnlich mit 0,5—1,5% Ag, kommt zum Abtreiben;

2) Kauf- oder Armblei (I. 695) mit 0,001—0,003% Ag, gewöhnlich von hohem Grade der Reinheit; geht in den Handel;

3) Krätzen[1]), von dem verschiedensten Metallgehalt, durch Oxydation der fremden Bestandtheile und von Blei, gemengt mit metallischem Blei, entstanden, und zwar

a) Schlicker, metallischer Abzug oder Abzugswerke, vom Einschmelzen des zu pattinsonirenden Bleies im Einsatzkessel (Oberharz) oder im Raffinirofen (Freiberg), werden entweder direct abgetrieben (Oberharz II. 279) oder der Saigerung unterworfen (Freiberg II. 270, 285); der eigentliche durch Oxydation entstehende Raffinirabzug wird verfrischt (II. 282, 285). Der meist silberreiche Poldreck wird verfrischt und das davon fallende Blei mit den Abzugswerken vertrieben (Oberharz).

b) Reiche und arme Kesselabzüge (Bleidreck)

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 363; 1862. S. 300.

werden seltener direct abgetrieben, als im Flammofen (E land, Stolberg, Tarnowitz etc.) oder im Schacht (Oberharz) separirt verfrischt, die dabei erfolgenden reic Frischbleie je nach ihrem Silber- und Antimongehalt n mals pattinsonirt und dann wohl vorher raffinirt (Engla oder gleich abgetrieben (Tarnowitz, Oberharz), Frischbleie von den Armkrätzen nochmals pattinsonirt (Ob harz) oder als Handelsbleie abgegeben. Die beim Frisc der Krätzen erfolgenden Schlacken geben mindere Bleisoi (Krätzblei, Hartblei).

Man erhält beim Frischen der Kesselabzüge im Flan ofen ein reineres Blei mit nicht grösserem Metallverlust, in Schachtöfen, in letzteren setzt man aber mehr durch arbeitet billiger. Während z. B. in Altenau in 12 Stun im Schachtofen aus solchen Krätzen 125—130 Ctr. Blei einem Verbrauch von 180 Cfss. Holzkohlen fallen, so re cirt man in England in Flammöfen in derselben Zeit 110—120 Ctr. Blei mit 8—10 Ctr. Steinkohlen.

In Freiberg werden die armen und reichen Kes abzüge gesaigert, das Saigerblei pattinsonirt, der Saigerk mit ähnlichen Producten verfrischt, das erfolgende Frisch raffinirt und die Frischschlacken auf Hartblei verschmol (II. 270).

Die Entstehung der verschiedenen Krätzen trägt z zur Reinigung des Armbleies bei, veranlasst aber den B und Silberverlust beim Pattinsoniren zum grössten Theil

§. 33. Apparate und Geräthschaften beim P tinsoniren. Hierher gehören hauptsächlich:

sselbatterie. 1) Der Kesselapparat zur Krystallisatio (Taf. I. Fig. 18—21). *a* gusseiserner Kessel, je nach Grösse des Einsatzes 5—5¾ Fss. weit und 2½—2¾ tief, die Wanddicke vom Rande bis nach dem Boden entweder von 1½—2 Z. auf 2—3 Z. sich verstärk (Freiberg, Oberharz) oder gleichmässig 1½—2 dick (England), in letzterem Falle weniger kostspi Der eingemauerte Kessel hängt mit seinem schmalen Ra in einem auf Mauerwerk aufliegenden Gusseisenkr

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 266.

b von 1 F. Breite, welcher zur Verhütung des Springens zuweilen aus 2 Hälften besteht. Auch wird der Kranz wohl nach dem Ummauern des Kessels erst aufgelegt, wie zu Tarnowitz (Taf. I. Fig. 22). Der Kessel ruht seltener auf nach oben zugeschärften Tragsteinen, welche auf von dem übrigen Gemäuer unabhängigen Barnsteinpfeilern in demselben liegen. *d* Barnsteinwand zur Bildung des Canals *e* behuf Erwärmung des oberen Theils des Kessels, welch ersterer durch die Oeffnung *g* die Flamme aus dem Raum *f* aufnimmt, sie um den Kessel herum in den geneigten Fuchs *q* und aus diesem in den zur Esse *w* führenden horizontalen Canal *s* leitet. Bald hat jeder Kesselofen seine eigne Esse (Tarnowitz), bald haben 2 Kessel eine gemeinschaftliche Esse, seltener führen die Züge sämmtlicher Kessel in einen gemeinschaftlichen horizontalen Canal, der in eine Esse mündet (zuweilen in England). Die Kessel liegen, je nachdem man Steinkohlen oder Holz und Torf zur Feuerung anwendet, 14—16 Z. oder 20—24 Z. über dem Rost *p* und variirt danach auch die Höhe der Esse zwischen resp. 35—50 und 28 - 30 Fuss. *l* Schürloch. *n* Rost für Steinkohlenfeuerung; die punctirten Linien *m* bezeichnen die Lage des Rostes etc. für Holzfeuerung. *o* Aschenfall. Der letzte oder Armbleikessel hat gewöhnlich geringere Dimensionen, als die übrigen Kessel. Zweckmässig führt zu jeder Feuerung ein blechernes Sprachrohr (Tarnowitz).

Die Anzahl der Kessel hängt, wie bemerkt (S. 128), hauptsächlich von dem Silbergehalt des Bleies ab.

Krahne. Als besondere Vorrichtungen befinden sich noch auf manchen englischen Werken zwischen je 2 Kesseln SPARKS'sche Krahne[1]) zum Herausziehen der mit Krystallen angefüllten Kellen aus denselben, sowie an der Vorderseite zwischen je 2 grossen Kesseln ein stets mit flüssigem Blei gefüllter **Temperkessel** kleiner Temperkessel[2]), in welchem die mit erstarrten Bleikrusten überzogenen Schöpfkellen zum Ablösen derselben eingetaucht werden. Bei freier Handhabung der Kelle ist ein Temperkessel nicht erforderlich, indem man beim Ueber-

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 433; 1862. S. 299.
2) RIVOT, Traité de métallurgie. 1860. II. 355. Taf. I. Fig. 15.

schöpfen der Krystalle in den geheizten Nachbarkessel die Kelle immer in das darin befindliche flüssige Blei gleiten lässt, wobei sich die Kellenlöcher offen erhalten und Ansätze von der Kelle weggelöst werden. Bei Anwendung eines Krahnes gelangt die Kelle nicht auf den Boden des Nachbarkessels und es wird ein Temperkessel erforderlich.

odificationen les Kesselapparates. Zur Umgehung des beschwerlichen Ausschöpfens der Krystalle, welches viel Arbeiter und Arbeitslöhne erfordert, hat man den Kesselapparat hier und da modificirt, namentlich auch versucht, die Menschenkraft durch maschinelle Kraft zu ersetzen.

Vorsley's Apparat. Worsley[1]) hat auf dem Enthoven'schen Bleiwerke (Upper Ordonance Warf) zu Rotherhithe in London versucht, die Mutterlauge von den Krystallen am Boden des Kessels durch eine Siebvorrichtung abzulassen, welche Einrichtung sich aber nicht bewährt hat.

·anzösischer Pattinsonirapparat. Nach Fehres[2]) hat man den französischen Pattinsonirapparat mit Erfolg zu Holzappel eingeführt, bei welchem ein Rührer eine gleichmässige Temperatur in der ganzen Bleimasse verbreitet und die ausgeschiedenen Krystalle gleichzeitig zusammenpresst, so dass die Mutterlauge demnächst davon abgelassen werden kann, wenn $^2/_3$ oder $^7/_8$ des Kesselinhalts zu Krystallen geworden sind. Weitere Nachrichten über die Leistungen dieses sinnreich eingerichteten Apparates müssen abgewartet werden.

'erkzeuge u. Geräthe. 2) Werkzeuge und Geräthschaften (Bd. I. Taf. XVI), und zwar hauptsächlich

a) Schöpfkellen (Fig. 438), nahe 1 Ctr. schwer, von 16—19 Z. Durchmesser und 4—5 Z. Tiefe von $6^3/_4$ Lin. (15 Millim.) starkem Eisenblech mit Löchern von 12 Mill. Weite, etwa 9 Lin. (20 Millim.) von einander entfernt und 8—9 concentrische Ringe bildend. Für die letzten Kessel mit angereichertem Blei nimmt man der feineren Krystalle wegen wohl Kellen mit noch kleineren Löchern.

b) Durchlöcherte kleinere Kellen (Bleidreckkellen) (Fig. 429) zum Wegnehmen der Schlicker oder der Krätzen.

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 493; 1862. S. 299. — Berggeist 1861. S. 290.
2) B. u. h. Ztg. 1864. S. 4 (mit Zeichnung).

c) Verschiedene Kellen zum Ausschöpfen des Arm- und Reichbleies (Fig. 435) und zum Probenehmen (Fig. 434).

d) Rühreisen (Fig. 430) zum Umrühren der Bleimasse.

e) Räumeisen, Spatel (Fig. 432, 433) zum Abstossen der Bleiränder.

f) Abziehhaken mit Holzknüppel (Fig. 431) zum Abziehen des Bleidrecks.

g) Verschiedene gusseiserne Formen zur Aufnahme des Reichbleies (Fig. 436) und des Armbleies (Fig. 437), letztere wohl an der einen schmalen Seite mit 2 Rädern, an der anderen mit einer Handhabe versehen.

Reductionsöfen.

3) Oefen zur Reduction der Kesselabstriche. Hierzu sind Flammöfen geeigneter, als Schachtöfen, weil sich in ersteren die zur Reduction des Bleioxydes erforderliche niedrigere Temperatur sicherer unterhalten lässt und dabei weniger Unreinigkeiten reducirt werden. Dagegen kann das Frischen in Flammöfen bei der geringeren Production theurer als in Schachtöfen kommen. Während z. B. auf den Oberharzer Hütten das Frischen der Kesselabstriche in Schachtöfen geschieht, so sind dafür in Stolberg und Tarnowitz, sowie auf den englischen Hütten Flammöfen vorhanden.

Der Tarnowitzer Ofen (Taf. I. Fig. 23, 24) empfiehlt sich durch seine Einfachheit und verhältnissmässig geringen Herstellungs- und Reparaturkosten. *a* 3zöllige Lehmsohle, *b* Sandfüllung, *c* einen halben Stein starke Rollschicht von ordinären Ziegeln, *d* 9zölliger Gestübbeherd, muldenförmig aufgestampft und nach dem Stich *e* zu geneigt, *f* Arbeitsthür, *g* Stechherd, *h* Fuchs im Ofengewölbe, welcher den Rauch in eine seitwärts angebrachte abfallende Esse und einen unterirdischen Rauchcanal in den Condensationscanal der Schmelzflammöfen und dann durch eine 150 Fss. hohe Esse ins Freie führt, *i* Feuerbrücke, *k* Schürloch, *l* Rost, *m* Aschenfall.

A. Drittelsystem der Krystallisation.

Manipulationen beim Krystallisiren.

§. 34. Verfahren beim Krystallisiren. Man bringt die Batterie, je nach dem Silbergehalte der Werke mit 8—14 Kesseln, zunächst auf den normalen Stand (S. 127) und beginnt dann den regelmässigen Betrieb, wobei entwe-

der von einer oder von beiden Seiten des Kessels geschöpft wird (S. 131). Es erhält zunächst der erhitzte und mit Kalkwasser ausgeschlämmte Einsatzkessel, dessen Nummer nach dem Silbergehalt des Bleies wechselt (bei 0,17 procentigen und reicheren Werken z. B. der dritte, bei 0,02 procent. Blei z. B. der siebente Kessel) die volle Kesselladung (180—250 Ctr.), schmilzt während 6—8 Stunden ein, entfernt mittelst einer durchlöcherten Kelle (S. 134) während $^1/_4$—$^3/_4$ Stunden die oberflächlich abgeschiedenen und mittelst des Streichholzes (S. 135) zusammengezogenen Schlicker (S. 131), polt nach dem Klarwerden des Metallbades nöthigenfalls zur Reinigung des Bleies 1—2 Stunden, zieht den Poldreck (S. 131) mittelst der durchlöcherten Kelle von dem in Rothgluth erhaltenen Blei — bei welcher Temperatur er nur trocken ist — ab und lässt, wenn die Oberfläche rein geworden, das Metallbad sich $^1/_4$—$^1/_2$ Stunde kühlen, indem man die Abkühlung durch öfteres Umrühren, vorsichtiges Aufspritzen von Wasser aus einer Brause, so dass die Kesselwandungen nicht davon getroffen werden, und Decken des Feuers mit Asche oder schwächeres Feuern in der letzten Periode des Polens beschleunigt. Zur Abkühlung trägt auch das Abstossen der erstarrten Bleiränder in das Metallbad, sowie besonders ein Aufgiessen von flüssigem Blei auf den Kesselrand und Zurückbringen der erstarrten Masse in den Kessel bei. In Holzappel bedeckt man vor Anwendung des Wassers die Oberfläche des Bleies mit kleinen Holzkohlen.

Sobald die Abkühlung bis zu einem gewissen Grad fortgeschritten, tritt die Krystallbildung ein, die Oberfläche wird uneben, die Masse breiig und es beginnt nun das Ueberschöpfen (Ueberkrystallisiren, Schäumung) von $^2/_3$ der Masse in Krystallen in den geheizten Nachbarkessel links. Dabei senken gewöhnlich 2 Arbeiter die auf einem Bleiblock auf dem Kesselrande ruhende Schöpfkelle (S. 134) senkrecht an der Kesselwand herab, schieben sie dicht auf dem Boden hin und heben die Kelle, indem einer deren Ende niederdrückt und der andere, mit einem Fusse gegen die Kesselwand gestemmt, etwa in der Mitte des Stiels zieht empor aus dem Metallbad. Der eine Arbeiter sucht dann

mittelst rüttelnder Bewegung (Wippen) der in $^1/_3$ ihrer Länge auf einem Bleiblock ruhenden Kelle die Mutterlauge möglichst rasch von den Krystallen zum Abfliessen zu bringen (das Pressen), legt die Kelle auf den Kesselrand auf, hebt deren Stiel auf einen auf dem Kesselrand stehenden geneigten eisernen Fahrbock und lässt die Kelle sammt Inhalt in das flüssige Blei des geheizten Nebenkessels gleiten, wobei etwaige Ansätze an der Kelle weggelöst werden. Während des Krystallisirens werden sich bildende Randkrusten sorgfältig abgestossen und aus der Kelle entfernt, wenn sie mitgeschöpft sein sollten. Die Kelle wird dann über den Fahrbock wieder in den vorigen Kessel zurückgeführt.

Wie bereits bemerkt (S. 133), wird auf englischen Werken zuweilen die mit Krystallen gefüllte grössere Kelle mittelst einer transportabeln Winde langsam aus dem Bleibade gehoben, auf einem zwischen je zwei Kesseln befindlichen Krahn in horizontale Richtung gebracht, durch Hammerschläge auf den Kellenstiel die Mutterlauge ausgepresst, dann die Schöpfkelle mittelst des Krahnes über den Nachbarkessel geführt und entleert (Par in Cornwall) oder die Kelle nur mittelst der Winde aus dem Metallbad gezogen, mit der Hand gewippt und auf einem Fahrbock mit den Händen in den Nachbarkessel gebracht (Panther Leadwork bei Bristol, JOHN MILLICAN's Smelting Works Nenthead bei Alston) oder dabei auch wohl in eine Kette gehängt (Gallongate Lead Works in St. Anthony bei Newcastle upon Tyne). Diese Methoden gestatten zwar eine Erleichterung der Arbeit, aber dieselbe verlangsamt sich oder das Krystallpressen ist weniger vollkommen.

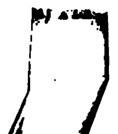
Sobald $^2/_3$ der Masse, was etwa 2 Stunden dauert, überkrystallisirt sind, wird während etwa $^1/_4$ Stunde das angereicherte Drittel Mutterlauge, durch Besprengen mit Wasser in einen breiigen Zustand versetzt, in den Anreichkessel rechts übergeschöpft. Bei normalem Stande der Batterie sind dann mehrere Kessel mit den gehörigen Einsätzen versehen, so dass bei hinreichender Arbeiterzahl (1—3 Part) 1—3 Schöpfreihen nebeneinander laufen. Dabei kommt wieder $^1/_3$ Mutterlauge von demselben Silbergehalt, wie die

Einsatzwerke, in den Einsatzkessel, welcher durch Zusatz von $^2/_3$ Füllung frischer Werke abermals zum Schöpfen tauglich gemacht wird, wobei allmälig auch die Anreichkessel die volle Füllung zum Schöpfen erlangen, so dass regelmässig Arm- und Reichblei aus der Batterie hervorgehen. War das Einsatzblei nicht raffinirt, so werden auch die nächsten Entarmungskessel zur Linken des Einsatzkessels noch gepolt, wenn sie voll geworden sind. Man hält Schlicker, arme und reiche Krätzen von einander getrennt und arbeitet sie entsprechend auf (S. 131).

Verändert sich durch irgend welchen Umstand (z. B. bei wechselndem Silbergehalt oder verschiedener Reinheit des Einsatzwerkbleies u. dgl.) der normale constante Silbergehalt in den einzelnen Kesseln, was sich beim Probiren ihres Inhaltes ergibt und die Entstehung zu reichen Armbleies zur Folge hat (Aufdämmen der Batterie), so muss durch passende Modificationen beim Schöpfen (z. B. Rückschöpfen zu reicher Massen in einen der vorhergehenden Kessel) der normale Stand der Batterie wieder hergestellt werden (S. 125). Arm- und Reichblei werden in die oben (S. 135) erwähnten Formen gegossen. Beim Schöpfen von Zwischenkrystallen treten die angeführten Modificationen ein (S. 126).

Der Verlauf des Pattinsonirens wird aus nachstehender Tabelle A für reicheres und aus B für ärmeres Blei ersichtlich. Von ersterem sind 250 Ctr. mit 14—15 Pfdthln. (Quint) = 0,14—0,15% Ag in den dritten Kessel eingesetzt. Es bezeichnen die Zahlen 1, 2, 3 ... 13 die Nummern der Kessel, im Schema selbst die Zahl 3 = $^3/_3$ = 1 volle Kesselfüllung = 250 Ctr., die Zahl 2 = $^2/_3$ = 125 und 1 = $^1/_3$. Das Zeichen $\wedge$ unter den Kesselfüllungen deutet an, wie viel von dem Einsatz an Krystallen nach rechts und wie viel als Mutterlauge nach links geschöpft worden, wonach also die erste Columne anzeigt, dass aus dem Einsatzkessel Nr. 3 von der ganzen Füllung $^1/_3$ in Nr. 2 und $^2/_3$ in Nr. 3 übergeschöpft sind.

Die Tabelle A, welche sich auf den seit dem 7. Dec. 1863 eingerichteten Kesselhüttenbetrieb der Lautenthaler Silberhütte auf dem Oberharze bezieht, weist nach, dass die



Zu Pag. 139 gehö

1863. Datum		Eingesetztes Werkblei. Centner.	Gewonnene ...
		250	
7. Dec.	1.	170	
	2.		
	3.		
	60.	170	
	61.		
20. Dec.	62.		
	63.		
	64.		
	65.		
	66.		
	67.		
	68.		
	69.	Tiefs ter S tan	
21. Dec.		180	
	70.	10	
	71.		
	72.		
22. Dec.	73.		
	74.		
	75.		
	76.		
	77.		
	78.	170	
23. Dec.	79.	20	
	80.		
	81.		
	82.		
	83.		
24. Dec.	84.		
	85.		
	86.		
	87.		
	88.		
	Summa	1690	8

am 21. Dec. bei der 69. Krystallisation auf den nor-
der tiefsten Stand gekommen, dann hat der regel-
Betrieb begonnen. Die Einsatzwerke enthalten im
14—15 Quint (Pfundtheile), im Reichblei 70—80
Quint und im Armblei 0,1 Quint Silber.

A. Schema für reicheres Blei.
(siehe beiliegende Tabelle.)

B. Schema für ärmeres Blei.

: ein Frischblei[1]) mit 0,02% Ag stellt sich bei einem
von 200 Ctrn. in den 7ten Kessel der Verlauf des
es wie folgt, wobei 3 = 200,2 = 130 und 1 = 70 Ctr.

Kessel.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
						3							
						∧							
					1		2						
					2*)		1*)						
					3		3						
				1	∧	2	∧	2					
				2*)		1		1*)					
				3		3		3					
			1	∧	2	∧	2	∧	2				
			2*)		1		1		1*)				
			3		3		3		3				
		1	∧	2	∧	2	∧	2	∧	2			
		2*)		1		1		1		1*)			
		3		3		3		3		3			
	1	∧	2	∧	2	∧	2	∧	2	∧	2		
	2*)		1		1		1		1		1*)		
	3		3		3		3		3		3		
1	∧	2	∧	2	∧	2	∧	2	∧	2	∧	2	
		1		1		1		1		1		1*)	
		3		3		3		3		3		3	2

erfolgt hierbei im 1sten Kessel Reichblei mit min-
1,5% Ag, im 14. Kessel Armblei mit 0,002% Ag.
Erzeugung der Kesselfüllungen angewandten, mit
versehenen Bleie müssen nahe denselben Silberge-
tzen, als das Blei in den Kesseln.

---

[1]) ...ner-Richter's Vorlesungen II, 248.

§. 35. Beispiele für das Drittelsystem ohne Zwischenkrystalle.

berharz.

a) Auf den Oberharzer Hütten[1]) ist der Pattinsonsche Prozess auf Altenauer Hütte seit 1855, auf Lautenthaler Hütte seit Kurzem eingeführt und zur Clausthaler Hütte wird eine Kesselbatterie zur Zeit eingebaut.

ltenauer Hütte.

Zur Altenauer Hütte werden Werkbleieinsätze von 225 Zollctr. mit 18—20 Quint (Pfdthl.) Ag im Centner = 0,18—0,20% in einer Batterie von 13 Kesseln bei Anwendung von Holz-, Torf- oder Steinkohlenfeuerung concentrirt. Die 50—60 Ctr. schweren Kessel haben 5 Fss. $6\frac{1}{2}$ Z. Dchm. und 2 Fss. 10 Z. Tiefe, oben 2 Z. und im Boden 3 Z. Stärke. Der letzte Armbleikessel ist nur 4 F. 10 Z. weit, 2 F. $5\frac{3}{4}$ Z. tief bei $2\frac{1}{2}$ Z. Bodenstärke. Der Rost liegt bei Steinkohlenfeuerung 16 Z., bei Wellholz und Torf $23\frac{1}{2}$ Z. unter dem Kesselboden. Die Höhe der für 2 Kessel gemeinschaftlichen Esse beträgt resp. 35 F. 9 Z. und 28 F. $10\frac{1}{2}$ Z. über dem Rost. Der dritte Kessel ist der Einsatzkessel. Nach dem Abziehen der Schlicker vom eingeschmolzenen Einsatzblei wird 2 Stunden lang gepolt (II. 278) und dieses Polen auch noch im 4ten Kessel fortgesetzt. Eine Kesselschöpfung dauert 3—4 Stunden. Man erhält Armblei mit 0,251—0,3 Quint = 0,00250—0,003% und Reichblei mit 70—75 Qt. = 0,7—0,75% Ag. Beim normalen Stande der Batterie waren die Silbergehalte in Quinten pro Centner in den einzelnen vollen Kesseln z. B. folgende:

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII	XIII.
liegwerke	58	37	25	19	15	10	7	5	2,6	1,17	0,87	0,49	0,3
rätzwerke	33	27	19	13	11	9	6	4,5	2	1,15	0,85	0,63	0,38

Im J. $186\frac{1}{2}$ erfolgten von 100 Ctr. Werken 50,30% raffinirtes Blei, 11,22% Krystallisationsblei, 18,74 Ctr. Reichwerke, 13,59 Ctr. Abzugswerke, 4,17 Ctr. reiche Krätzen von Kessel 1—4, 17—19 Ctr. arme Krätzen von Kessel 5—12 und 1,50 Ctr. armer Bleidreck aus dem 13. Kessel. 1 Arbeiter pattinsonirt in 12 Stunden 6,31 Ctr. Werke incl. Aufarbeit der armen Krätzwerke und macht 3 Ctr. 88 Pfd.

1) Kerl, Oberharzer Hüttenprozesse. 2. Auflage 1860. S. 331, 334, 436, 620. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 69.

Armblei. 8,64 Ctr. Werke erfordern eine Kesselschöpfung. Auf 100 Ctr. Werke gehen 20 Schock Waasen oder 40 Ctr. Steinkohlen. Der Silberverlust nach der Probirung des Werkbleies beträgt 1,7%₀, der Bleiverlust 3,24%. Es kommen auf 100 Ctr. Werkblei Kosten an

Arbeitslöhnen . .	16 Thlr.	9 gr.	6 Pf.
Materialien . . .	30 „	17 „	8 „
Gezäherhaltung .	— „	16 „	9 „
Zusammen	47 Thlr.	14 gr.	3 Pf.

Beim Abtreiben und Frischen belaufen sich diese Kosten bei 9% Bleiverlust nur auf 25 Thlr. 27 gr. 5 Pf. pro 100 Ctr. Werke, so dass darauf durch das um $5\frac{3}{4}$% höhere Bleiausbringen beim Pattinsoniren, als beim Abtreiben, 21 Thlr. 16 gr. 8 Pf. Hüttenkosten zu decken sind. Dies ist gerade der Fall, wenn 1 Ctr. Handelsblei 3 Thlr. 22 gr. 5 Pf. kostet. Da nun in dem bezeichneten Jahre der Bleipreis 5 Thlr. 24 gr. 3 Pf. gewesen, so erspart man beim Pattinsoniren von 100 Ctr. Werken gegen das Abtreiben 11 Thlr. 25 gr. 3 Pf.

8 Arbeiter haben die Tag- und 8 die Nachtschicht und erhalten zusammen für jeden Centner Armblei 5 gr. 2 Pf. 2 Hülfsarbeiter des Tages und des Nachts beziehen für eine 12stündige Schicht 12 gr. 5 Pf. Die 16 Mann arbeiten in 24 Stunden 14 Kessel durch.

Das Arm- oder raffinirte Harzblei[1]) (Analysen I. 695) geht in den Handel als die beste Oberharzer Bleisorte; das Reichblei wird abgetrieben; die Schlicker (Abzugswerke) werden gemeinschaftlich mit den Krätzwerken, welche aus dem reichen Bleidreck der 4 ersten Kessel beim Frischen erfolgen, abgetrieben, die armen Krätzen aus Kessel 5—12 verfrischt, die resultirenden armen Krätzwerke auf Kystallisationsblei (I. 696) pattinsonirt und der Bleidreck vom 13. Kessel auf Krätzblei (I. 696) verfrischt.

Lautenthaler Hütte.

Man vertreibt reineres, aber etwas ärmeres Blei bei 250 Ctr. Einsatz in dem durch Fig. 18—21. Taf. I. dargestellten Apparat nach dem S. 139 mitgetheilten Schema. Beim ersten Abschluss (7. Dec. 1863 bis 6. Mai 1864) sind

1) Sonstige Analysen von Oberharzer Bleien und Bleihüttenproducten in B. u. h. Ztg. 1864. S. 88.

bei 915 Krystallisationen 10160 Ctr. Werke mit 14—
Ag im Centner verarbeitet und davon erfolgt:

Reichblei	1042	Ctr.
Raffin. Blei	3595,27	„
Abzugwerke	1600	„
Krätzen 3012 Ctr. à 92% Pb	2771,4	„
Batterievorrath . . .	840	„
Zusammen .	9848,31	Ctr.

Demnach Verlust in der Batterie 3% Blei. Auf 1 I
schöpfung gingen 3,73 Ctr. Steinkohlen oder 1 S
38 Stck. Waasen. Bleiverlust und Materialaufwand v
sich für die Folge noch vermindern.

insterbusch i Stolberg.

b) Zu Münsterbusch[1]) bei Stolberg werden '
(II. 228) mit durchschn. 200 Gramm Ag in 1000 Kil
0,02% Ag) im Flammofen raffinirt (II. 282). Man
dabei 180 Blöcke à 140—150 Pfd. (252—270 Ctr.
während 30 Stunden dem Zutritt der Luft bei schv
Rothgluth aus, bestreut die Oberfläche zuweilen mit
pulver und Kohlenstaub, zieht von Zeit zu Zeit den gebi
Krätz ab und giesst das gereinigte Blei in Formen. Ma
braucht in 30 Stunden 15 Scheffel Steinkohlen à 17/9
Der Krätz wird mit dem von den Pattinsonschen K
in einem Flammofen reducirt, das resultirende Blei
sonirt und das dabei erfolgende Gekrätz auf Hartble
schmolzen.

Das raffinirte Werkblei wird in 13 kesseligen Bat
(von der Einrichtung der Oberharzer, welche danach g
sind) pattinsonirt, indem man dasselbe je nach seine
bergehalt in den 5 oder 6ten Kessel, meist in letztere
setzt. Bei 3—3½% Bleiverlust reichert man das Rei
auf etwa 1% Ag an und verbraucht bei 20—25 I
schöpfungen in 24 Stunden etwa 50 Zollctr. Steinkohl
240—250 Ctr. Kesseleinsatz. Die Kessel haben eine m
Dauer von 12 Monaten. Die Fabrikationskosten für 100
Blei mit 190 Grm. Ag, welches auf 3600 Grm. angere
worden, betragen 14,99 Frs.

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 300.

Tarnowitz

c) Zu Tarnowitz[1]) reichert man Werkblei mit 0,0986% Ag (II. 149, 262) in einer Batterie (Taf. I. Fig. 22) von 14 Kesseln — zur Vermeidung poröser Stellen an ihren unteren Theilen zu Gleiwitz aus Koksroheisen über einem schwebenden Kern statt früher zu Malapane aus Holzkohlenroheisen über einem festen Kern abgegossen — bei einem Einsatz von 240 Ctr. in den 4ten Kessel auf 1,2% an und entarmt bis 0,001%. Jeder Kesselofen hat eine besondere Esse von 50 F. Höhe bei einem Querschnitt von 20 Z. im Qu. Am 3. Juni 1862 hatten die einzelnen Kessel nahezu folgende Silbergehalte in Grammen pro Centner: I. 0,7500. II. 0,4400. III. 0,2680. IV. 0,1510. V. 0,0745. VI. 0,0500. VII. 0,0350. VIII. 0,0260. IX. 0,0145. X. 0,0076. XI. 0,0048. XII. 0,0028. XIII. 0,0020. XIV. 0,0010. Seit ihrer Füllung ist die Batterie stets auf demselben Stand geblieben in Folge fortwährenden Probirens und sorgfältiger Controle der Arbeit, so wie auch dadurch, dass man das reiche Drittel des 5ten Kessels, statt in den 4ten, in den 3ten Kessel überschöpft, wenn dies die Füllung der 3 ersten Kessel gestattet. Von 100 Ctr. Werkblei erfolgen

18,15% Reichblei mit 1,2—1,433% Ag,
59,52 „ Armblei mit 0,001% Ag und 11,375 spec. Gewicht bei 18° R.
21,27 „ Blei als Abstrich, welches aus letzterem
98,94% wieder genommen wurde.

Bleiverlust bei dem Pattinsoniren und der Reduction des Kesselabstrichs 1,2%, Ausbringen von 1,2% Plussilber nach der Capellenprobe. Auf 100 Ctr. Einsatzwerke gehen 21,7 Ctr. Nusskohlen (1 preuss. Tonne = 7 1/9 Cbfss. = 3,5 Ctr.). Die Arbeiter — 21 Mann pro Batterie — erhalten für den Ctr. Kaufblei im Gedinge 2 Sgr. 9 Pf., müssen jedoch von diesem Gedinglohn 2 Schürer, 1 Kohlenfahrer und sämmtliche Löhne bezahlen, welche durch das Ausgiessen, Zeichnen und Verwägen des Kauf- und Reichbleies veranlasst werden. Auf 100 Ctr. Kaufblei kommen 9 Thlr. 5 gr. Kosten für Arbeitslöhne und 2 Thlr. 6 gr.

1) Handschriftliche Mittheilungen des Hütteninspectors Teichmann. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 317.

6 Pf. für 8,4 Ton. Nusskohlen, zusammen 11 Thlr. 1
6 Pf., also pro Ctr. Kaufblei 3 Sgr. 5 Pf.

Der Kesselabstrich mit 88% Pb und 0,102%
wird in einem Flammofen (S. 135), mit Staubkohle gem
einer schwachen Rothglühhitze ausgesetzt, wobei sich
Bleioxyd reducirt, Antimon- und Zinkoxyd dagegen gro
theils unreducirt in die Schlacke gehen. Ist eine Post von
9 Ctr. Abstrich in 1—1½—2 Stunden reducirt, so gibt mar
neue, nachdem vorher die Schlacken vom Metallbade a
zogen. Nach etwa 12 Stunden werden dann an 50
Werke mit 0,08% Ag — zum abermaligen Pattinsonire
abgestochen, während im Ofen 10—15 Ctr. als Bestand
bleiben. Von 100 Ctr. Abstrich erfolgen mit 3,03
Nusskohlen zur Feuerung und 0,85 Ton. Staubkohlen
Reduction 90,36 Ctr. Werke und 9,30 Ctr. Reductionsschl
100 Ctr. Werkblei darzustellen kostet an Arbeitslö
1 Thlr. 22 Sgr., an Brennmaterial 26 gr. 5 Pf. für
Ton. Nusskohlen und 7 gr. 5 Pf. für 1,06 Ton. S
kohlen, zusammen 2 Thlr. 25 gr. 10 Pf. oder pro Ce
10—11 Pf.

Die Reductionsschlacken mit 58—59% Pb
0,006% Ag verschmilzt man mit 7% Eisen, 53% E
frischschlacke und 12% Kalkstein mit 2,3 Ton. Stück-
13,2 Ton. Würfelkohlen in einem einförmigen Spurofer
verdecktem Auge von folgenden Dimensionen:

Schachthöhe über der Form . . .	16½ F
Höhe der Form über dem Blech . .	14 Z.
Tiefe im Niveau der Form	3 F.
„ „ „ „ Gicht	2 „
Dossirung der Vorwand	— „
„ „ Formwand	— „
Breite des Ofenschachtes	2 „ -

Man bringt etwa 54,5% Werkblei mit 0,015% Ag
welches durch Treiben concentrirt wird. Es betragen
Schmelzkosten pro 100 Ctr. Schlacken 20 Thlr. — gr. 1
pro 100 Ctr. ausgebrachtes Werkblei 36 Thlr. 21 gr. 4
und pro Centner von letzterem etwa 11 Sgr.

Bei einer Vergleichung des jetzigen Patti

nirens mit dem früheren Treiben und Frischen ergeben sich nachstehende Kosten pro 100 Ctr. Kaufblei:

A) Beim Pattinsoniren:

α) an Arbeitslöhnen: pro 1 Ctr. 2 Sgr. 9 Pf. Gedinglohn =	9 Thlr.	5 Sgr.	— Pf.
β) an Brennmaterial: 8,4 Ton. Nusskohlen à 7 Sgr. 11 Pf. =	2 „	6 „	6 „
γ) an Bleiabgang 2,5%; 2,5 Ctr. à 5 Thlr. 25 Sgr. . . =	14 „	17 „	6 „
δ) an Silberverlust 0,001%; 3 Lth. à 1 Thlr. . . =	3 „	— „	— „
Zusammen =	28 Thlr.	29 Sgr.	— Pf.
also pro Centner =	— Thlr.	8 Sgr.	8 Pf.

B) Beim Treiben und Frischen incl. Aufarbeit der beim Treiben und Frischen fallenden Zwischenproducte:

α) an Arbeitslöhnen und Materialaufwand	19 Thlr.	19 Sgr.	— Pf.
β) an Bleiabgang 4%; 4 Ctr. à 5 Thlr. 25 Sgr. . . .	23 „	10 „	— „
γ) Silberverlust ($^1/_8$ Lth. pro Centner) 100 × $^1/_8$ Lth. = $12^1/_2$ Lth. à 1 Thlr. .	12 „	15 „	— „
Zusammen	55 Thlr.	14 Sgr.	— Pf.
oder pro Centner	— Thlr.	16 Sgr.	8 Pf.

Man erhält sonach den Centner Kaufblei um 8 Sgr. billiger beim Pattinsoniren, als beim Treiben und Frischen, was bei einer Jahresproduction von 50000 Ctr. Kaufblei 13,333 Thlr. beträgt. Rechnet man hierzu den Gewinn von 23 Thlr. 10 Sgr. 4 Pf. pro 100 Ctr. Erzen und Schliegen bei dem neu eingeführten Flammofenprozess [1]) (II. 263) gegenüber der alten Niederschlagsarbeit (II. 149, 261), so erhöht sich der Gewinn gegen früher bei obiger Production noch um 18,675 Thlr. 16 Sgr. 8 Pf., also zusammen auf 32,008 Thlr. 26 Sgr. 8 Pf.

Behuf Ermittlung des Silbergehaltes der Producte wird von jedem $^2/_3$ Pattinsonschen Kaufblei, nachdem Ab-

1) B. u. h. Ztg. 1864. S. 294, 319.

strich genommen und die Masse gleichmässig durchgerührt worden, ein Probebarren gegossen; von diesem concentrirt man 4 mal 25 Gramm auf Ansiedescherben auf circa ¹/[illegible] und treibt die erhaltenen Bleikönige von zusammen circa 25 Gramm auf einer Kapelle ab, wo dann das resultirende Silberkorn von 100 Gramm Blei nicht mehr, als 0.001 Gramm wiegen darf. Von jedem Pattinsonschen Reichbleidrittel giesst man 3 Probebarren, und zwar den ersten, sobald das Blei gut eingeschmolzen und bei hellem Roste anhaltend gerührt worden, den zweiten, nachdem etwa die Hälfte, und den dritten, wenn beinahe alles Blei ausgegossen ist. Von jedem Barren werden 10 Gramm, zusammen also 30 Gramm, auf einer Kapelle abgetrieben.

England. d) Auf englischen Hütten[1]) werden Bleie bis herab zu 3 Unzen Ag in der Tonne Blei (S. 121), nachdem sie meist in Flammöfen von verschiedener Einrichtung raffinirt, nach verschiedenen Systemen, meist nach dem $^2/_3$ System pattinsonirt, wobei man Kesseleinsätze von 6 — 10 Tonnen gibt. Neben den Kesseln (8—15 Stück) befinden sich zuweilen maschinelle Vorrichtungen zum Heben und Transportiren der Schöpfkellen (S. 133). Man reichert das Blei zu 1[illegible]0 bis 600 Unzen pro Tonne = 0,48 — 1,8% an und erhält Armblei mit 15—7 Pennyweight Ag pro Tonne = 0,00[illegible]7 bis 0,0015% (1 Pennyw. = $^1/_{20}$ Unze; 1 Unze = 0,06[illegible]2 Zollpfd.; 1 Tonne = 32666,6 Unz.).

Die Krystallisation einer Tonne raffinirten Bleies kostet etwa 9 Schill. 9 d. an Arbeitslöhnen, 8,4 d. für 4 Ctr. Kohlen und 2,5 d. für Reparaturen, zusammen 10 Sch. 4,5 d.

§. 36. Beispiele für das Drittelsystem mit Zwischenkrystallen.

England. 1) In England[2]) setzt man bei einer Batterie mit 9 Kesseln Blei mit 10 Unzen Ag in der Tonne (etwa 1 Lth. im Centner) in einen der mittleren Kessel, schöpft 4 oder $\frac{5}{14}$ des ursprünglichen Kesselinhalts Krystalle mit etwa 5 Unz.

1) Dingl. Bd. 65. S. 386. — Tunner, Leob. Jahrb. 1852. S. 143. B. u. h. Ztg. 1859. S. 433; 1862. S. 296. — Berggeist 1861. S. 3[illegible]8.
2) Tunner, Leoben. Jahrb. 1852. S. 143.

Ag in den Kessel links, dann $\frac{4 \text{ oder } 5}{14}$ Zwischenkrystalle mit 10 Unz. Ag auf den Kesselrand und die letzten $\frac{4 \text{ oder } 3}{14}$ Mutterlauge mit 20 Unz. Ag in den Anreichkessel rechts. Hierauf zieht man das 10unzige Blei vom Kesselrand in den Einsatzkessel zurück, ergänzt seinen Inhalt mit frischem Blei und setzt auf diese Weise den Prozess so lange fort, bis die beiden ersten Seitenkessel schöpfbar sind. Auf diese Weise wird dann mit der Krystallisation fortgefahren, bis Armblei mit $^1/_4$—$^1/_2$ Unze und Reichblei mit 200—400 Unzen erfolgt.

Freiberg.

2) Auf der Halsbrückner Hütte bei Freiberg[1]) werden Bleie mit bis zu 60 Pfdthln. Ag im Centner bei Einsätzen von 200 Ctr. in 14 Kesseln pattinsonirt. Bei der gewöhnlichen Drittelmethode schöpft man 130 Ctr. Krystalle und 70 Ctr. Mutterlauge, bei Zwischenkrystallen (S. 126) 130 Ctr. Krystalle, 50 Ctr. Zwischenkrystalle und 20 Ctr. Mutterlauge bis zum 8. Kessel, von da ab 140 Ctr. Krystalle, 40 Ctr. Zwischenkrystalle und 20 Ctr. Mutterlauge. Damit der Stand der Batterie nach oben nicht zu niedrig wird, presst man die Zwischenkrystalle gewöhnlich nicht. Der Stand der Batterie bei Zwischenkrystallen ist nach unten niedriger geworden, als bei dem gewöhnlichen Drittelsystem, wie nachstehende Zusammenstellung der Gehalte nach Pfdthln. im Centner zeigt:

	Mit Zwischenkryst.	Ohne Zwischenkryst.
1. K.	102—113	100
2. „	63—71	67
3. „	45—49	47
4. „	29—34	34
5. „	21—23	24
6. „	16	16
7. „	9,4	11,5
8. „	5,6	8
9. „	3,2	5,5
10. „	1,8	3,6
11. „	1,05	2,75

1) Handschriftliche Mittheilungen des Ingenieurs Stetefeldt.

Mit Zwischenkryst.		Ohne Zwischenkryst.
12. K.	0,6	1,16
13. „	0,35	0,58
14. „	0,15	0,29.

Das Verhältniss zwischen Legirung, Zwischenkrys und Mutterlauge stellte sich z. B. wie 1 : 1,4 : 3; 2,25 : 2,6 13,7 : 19 : 35,7. Die Reichwerke halten 150—168 Pf die Armwerke 0,3—0,25 Pfdthl. An Kesseleisen verbr man auf 100 Ctr. Werkblei 0,667—1,505 Ctr.

Bei einem vergleichenden Versuch über die Leist fähigkeit des Drittelsystems mit und ohne Zwischenkry mit 5000 Ctr. Blei von 2,3 Pfdthl. Silbergehalt hat Nachstehendes ergeben:

Mit Zwischenkryst.		Ohne Zwischenkryst.
Auf 100 Ctr. vorgelaufenes Blei verbrauchte man		
12,06 Ctr.	Schieferkohle	16,19 Ctr.
0,88 „	Sinter	0,80 „
mit einem Geldaufwand pro 1 Ctr.		
11,35 Pf.	Brennmaterial	15,08 Pf.
6,77 „	Arbeitslohn.	7,75 „
Das Verkaufsblei wurde entsilbert bis		
0,3 Pfdthl.		0,25 Pfdthl.
Das Werkblei wurde angereichert auf		
18,5 Pfdthl.		17,5 Pfdthl.
Von vorgelaufenem Blei wurden ausgebracht		
3400 Ctr.	im Verkaufsblei	3120 Ctr.
68%		62,4%
301 Ctr.	im angewandten Werkblei	300 Ctr.
6%		6%
1300 Ctr.	in Zwischenproducten	1580 Ctr.
26%		32%
	als	
585 Ctr.	in Mutterlauge	810 Ctr.
715 „	in Schlickern	770 „
Vom vorgelaufenen Silber wurde ausgebracht		
55,6 Pfd.	im Anreichblei	56,0 Pfd.
48,3%		48,7%
49,2 Pfd.	in Zwischenproducten	54,7 Pfd.
42,7%		47,6%
	als	
25,1 Pfd.	in Mutterlauge	38,0 Pfd.
14,1 „	in Schlickern	16,7 „

Mit Zwischenkryst.		Ohne Zwischenkryst.
10,2 Pfd.	in Verkaufsproducten	7,8 Pfd.
9,87%		6,82%.

Geldaufwand pro 1 Ctr. Ausbringen an Verkaufs- und angereichertem Werkblei

24,4 Pf.	33,3 Pf.

Auf Muldner Hütte verbrauchte man beim Pattinsoniren von 100 Ctr. Werken mit 36,79 Pfdthl. Ag 30,55 Ctr. harte Schieferkohlen, 2,08 Ctr. Braunkohlen, 7,43 Ctr. weiche Schieferkohlen und 4 Scheffel à 4,51 Cbfss. Sinter bei 2,72% Bleiverlust beim Concentriren und 1,645% beim Abtreiben. Der gesammte Bleiverlust bei Verarbeitung des Werkbleies beträgt 8,2—9,6%.

B. Achtelsystem der Krystallisation.

§. 37. Verfahren beim Krystallisiren.[1]) Das nöthigenfalls raffinirte Blei wird in ähnlicher Weise im Einsatzkessel eingeschmolzen, entabstricht und bis zur Krystallisation abgekühlt, wie beim Drittelsystem. Dann schöpft man $^7/_8$ des Kesselinhalts als Krystalle in den Nachbarkessel, das $^1/_8$ angereichertes Blei aber in Formen und prägt den einzelnen Blöcken den Silbergehalt auf. Die $^7/_8$ im Nebenkessel werden durch $^1/_8$ Zusatzblei von gleichem Silbergehalt ergänzt und abermals in $^7/_8$ und $^1/_8$ durch Schöpfen getheilt, worauf das $^1/_8$ wieder in Formen gegossen wird. Hat man Blei von verschiedenem Silbergehalt vorräthig, so ergänzt man die jedesmal übergeschöpften $^7/_8$ so lange damit, bis das Blei gehörig entarmt ist. Fehlt es an solchen verschiedenen Bleisorten, so kellt man auch die $^7/_8$ aus und fährt mit der Krystallisation frischer Bleimengen so lange fort, bis hinreichendes Material mit entsprechendem minderen Silbergehalt zu mehreren Kesselfüllungen vorhanden. Desgleichen reichert man auch die concentrirten Werke noch an, wenn hinreichender Vorrath davon zur Füllung der Kessel vorhanden.

Krystallis verfahre

Man hat entweder je nach der Grösse der Production Batterien mit nur wenigen Kesseln, meist 3—6, und muss

---

1) Braujean in B. u. h. Ztg. 1858. S. 310.

dann sowohl die $^7/_8$, als das $^1/_8$ wiederholt auskellen, bevor Arm- und Reichwerke erfolgen (Bleiberg), oder die Batterie besteht aus einer grössern Anzahl Kessel, in denen die übergeschöpften $^7/_8$ immer in den Kesseln bleiben und durch $^1/_8$ gleichhaltigen Bleies ergänzt werden (Binsfeldhammer bei Stolberg). Das zurückbleibende Achtel ist etwa 3mal so reich, als das geschöpfte Blei.

§. 38. Beispiele für die Achtelmethode des Pattinsonirens.

Stolberg. 1) Auf Binsfeldhammer bei Stolberg sind 20 Kessel von 40 Ctr. Gewicht vorhanden, von denen je 2 eine Batterie bilden, d. h. zusammenarbeiten und von 2 Arbeitern bedient werden. Der Einsatz von 180 Ctr. Blei mit durchschnittlich 0,05% Ag wird rasch eingeschmolzen, eine Probe zur Bestimmung des Silbergehaltes genommen, das Feuer durch Decken mit Asche etc. geschwächt, der Kessel abgekühlt und das Gekrätz (Sb, Fe, Zn etc.) entweder gleich abgezogen oder in den daneben befindlichen Kessel gethan und erst nach ein- oder mehrmaligem Hinüberbringen des Bleies aus einem Kessel in den andern für sich abgezogen. Dann schöpft man $^7/_8$ Krystalle in den Nebenkessel, kellt das übrige bleibende Achtel in Formen, ergänzt die obigen $^7/_8$ durch Blei mit passendem Silbergehalt und beginnt die Arbeit wiederholt von Neuem, indem man dafür sorgt, dass stets Batterien in den verschiedensten Stadien der Anreicherung vorhanden sind, welche Vorräthe zur Ergänzung der geschöpften $^7/_8$ liefern können, weil sonst auch die $^7/_8$ ausgekellt werden müssen. Enthält das Einsatzblei in 1000 Kil. z. B. 1000 Grm. Ag, so finden sich in dem Achtel etwa 3000 und in den $^7/_8$ circa 700 Grm. Man setzt die Krystallisation so lange fort, bis das Reichblei 10—15000 Grm. Ag (1—1,5%) und der letzte Kessel 20 Grm. Ag enthält, wo dann die ausgeschöpften $^7/_8$ Armblei auf nur 10 Grm. (0,001%) herabkommen, da bei so geringen Gehalten die Anreicherung stärker ist (das $^1/_8$ enthält 90 Grm.). In 24 Stunden müssen die 2 Arbeiter 7 Kesselfüllungen schöpfen.

Bleiberg. 2) Zu Bleiberg[1]) arbeitet man mit nur 3 Kesseln

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 310, 345.

und erhält von Werkblei mit 190 Grm. Ag in 1000 Kil. ein Reichblei mit 4400 Grm. und Armblei mit 15 Grm. Ag. Der Meister und sein Gehülfe bekommen für den fertigen Kessel 1,57 Frs. in dem Verhältniss von 87 und 70 Centim., der Schürer 1,25 Frs. im Tagelohn.

Commer

3) Zu Commern (II. 224) pattinsonirt man Werkbleie mit $^4/_5$ Lth. Ag im Centner in einer Batterie von 6 Kesseln von $4^1/_4$ F. Dchm., $2^1/_2$ F. Tiefe und 1 Z. 7 Lin. Wandstärke. Der Kesselboden steht $1^1/_2$ F. über dem Rost und man braucht bei 160 Ctr. Einsatz in 24 Stunden 12 Schffl. Kohlen. Das Reichblei enthält 24—26 Lth. Ag im Centner.

Zweites Kapitel.

Abtreiben des Werkbleies.

Theorie

§. 39. Allgemeines. Der Abtreibprozess, die Abscheidung des Silbers aus silberhaltigem Blei bezweckend, wird in der Weise ausgeführt, dass man das Werkblei auf dem Herde eines Flammofens bei Zuleitung von Gebläseluft flüssig erhält, wobei sich Bleioxyd bildet, welches bei der convexen Oberfläche des geschmolzenen Bleies an dessen Peripherie geht und dadurch das Metall in der Mitte dem Sauerstoff wieder zugänglich macht. Wird nun die gebildete Glätte vom Rande des Metallbades weg fortwährend abgeleitet, so bleibt zuletzt das Silber zurück.

Geschichte der Treiböfen

Die ältesten Treiböfen [1]), wie sie auf dem Oberharze in Anwendung waren, bestanden nur aus einem überwölbten Herd ohne Windofen mit 4 Oeffnungen, 1 Glättloch, 2 Schürlöchern und 1 Flammloch in der Haube. Das Werkblei wurde zwischen Holz eingeschmolzen und bei Zuführung von Gebläseluft in der Weise abgetrieben, dass die Werke unter dem flammenden Holze stets in Oxydation erhalten wurden. Bei dieser Einrichtung fanden folgende Nachtheile

---

1) Geschichte der Treiböfen: LAMPAD., Hüttenkd. I, 419.

statt: a) wegen der hohen Wölbung der Kuppel war d
Brennmaterialverbrauch sehr bedeutend, b) das Herdschlag
unbequem, c) die Oxydation bei der Berührung des Werl
bleies mit dem Holze unvollständig und d) die Fläche d
treibenden Werkbleies von der Flamme nur wenig getroffe

Durch Anfügung eines Windofens an den Treibhe
(im Jahre 1712 am Unterharz) beseitigte man die letzter
beiden Fehler und gab alsdann diesen Oefen auf de
Oberharze, behuf der schnelleren Abkühlung, eine b
wegliche eiserne Haube. Während dessen machte man
Sachsen die ganze obere Hälfte des Treibofens beweglic
wodurch die oben hervorgehobenen Uebelstände gänzli
beseitigt wurden.

Ganz rohe Treiböfen ohne Gebläse sind in Nicaragua
in Gebrauch.

Die zur Zeit in Anwendung stehenden Treiböfen si
entweder grössere mit festem Herde (deutsche Trei
öfen) oder kleinere mit beweglichem Herd (en
lische Treiböfen.)

A. Deutscher Treibprozess.

Wesen des Prozesses.

§. 40. Allgemeines. Dieser Prozess ist dadur
characterisirt, dass grössere Quantitäten reicherer Bleie
einem grösseren Treibofen mit festem Herde, den man inne
halb des Ofens aus Aescher oder Mergel (Kalk und Tho
schlägt, direct auf Blicksilber abgetrieben werden. Hiert
kommen folgende hauptsächliche Modificationen vor:

odificationen beim Abtreiben.

eiben mit u. hne Nachsetzen.

1) Die ganze, zu einem Treiben bestimmte Quantit
Werke (60—350 Ctr.) wird mit einem Male auf dem He
zum Einschmelzen gebracht (Oberharz, Unterhar
Przibram, Ems, Pongibaud, Kongsberg) oder m
trägt anfangs nur so viel Werke ein, als der Herd fass
kann und setzt dann frische (bis 700 Ctr. und mehr)
dem Verhältniss nach, wie sich das Niveau des treibend
Metallbades auf dem Herde vermindert (Abtreiben mit Nac
setzen der Werke, z. B. in Freiberg, Kremnitz, Lol
Holzappel, Tarnowitz, Vialas).

---

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 269.

Letzteres Verfahren gewährt vor ersterem nachstehende Vortheile:

a) Man spart an Brennmaterial, indem bei dem längere Zeit fast immer gleich bleibenden Niveau des Metallspiegels der zu heizende Herdraum kleiner ist, als bei immer mehr sinkendem Niveau und die Hitze bei den längeren Campagnen besser ausgenutzt wird.

b) Die Metallverluste sind geringer, weil wegen Vollerbleiben des Herdes minder stark gefeuert werden kann und die Menge des bleiischen Herds, welcher beim demnächstigen Verschmelzen nicht unbedeutende Bleiverluste ergibt, im Verhältniss zur Glätte und zu den vertriebenen Werken abnimmt.

Dagegen hat dieses Nachsetzen den Uebelstand, dass die Glätte und somit das daraus dargestellte Frischblei unreiner wird, indem die fremden Beimengungen, welche bei einem einmaligen Aufsetzen der Werke zumeist in Abzug oder Abstrich gehen, beim Nachsetzen grossentheils in die Glätte gelangen. Ausserdem ist das Treiben dabei schwieriger zu leiten und kommt leichter in Unordnung. Dieses Verfahren empfiehlt sich demnach besonders da, wo man recht reine Werke hat, oder bei unreineren Werken dann, wenn die Glätte beim Hüttenprozess wieder zur Verwendung kommen oder das daraus reducirte Blei doch raffinirt werden soll.

Fein- und Concentrationstreiben

2) In den meisten Fällen wird im Treibofen Blicksilber mit 5—10% Unreinigkeiten erzeugt, seltener dieses gleich in demselben feingebrannt (Ungarn, Siebenbürgen, Mähren), weil, zwar unter Ersparung des Feinbrennapparates und wohl von Brennmaterial, die Silberverflüchtigung begünstigt wird. Zuweilen setzt man auch die Treibarbeit nicht zum Blicken des Silbers fort, sondern concentrirt nur die Werke bis zu einem gewissen Grade (Arm- oder Concentrationstreiben), bis zum sogenannten Schwarzblick[1]), zapft sie durchs Glättloch ab und vertreibt sie, wenn [illegible]ender Vorrath Reichwerke vorhanden, in einem [illegible]ichtreiben) bis zum Blicken (Ungarn,

1) B. u. h. Ztg. 1855. S. 34.

Joachimsthal, Holzappel, Tarnowitz). Man unter wirft diesem Verfahren[1]) nur ärmere, 1—3löthige Werk und erhält davon, wohl bei einer Ersparung an Brenn material, eine grössere Menge silberärmerer, verkäufliche Glätte, so dass nur wenig silberreichere Glätte zur Reductio kommt. Wollte man solche armen Werke gleich völlig ab treiben, so wird der Blick sehr klein und in Folge desse wegen schwierigerer Leitung der Glättgasse viel reich Glätte fallen, also der Silberverlust steigen. Concentrir man wiederholt und treibt dann die Reichwerke ab, so ha man die Entstehung der reichen Glätte nur einmal un deren Fall vermindert sich, weil die Glätte von dem dick ren Silberkuchen reiner abgelassen wird. Dagegen habe die Concentrationstreiben den Uebelstand, dass das Silbe mehr Zeit zu seiner Darstellung erfordert und somi länger unverzinst bleibt. Bei mittelreichen Werken häng die Auswahl des gewöhnlichen oder des Concentrations treibens demnach hauptsächlich von einer Vergleichun der ökonomischen Resultate ab, der Verringerung des Sil berausbringens bei ersterem und dem verspäteten Silberaus bringen bei letzterem. Die Concentrationstreiben lasse sich weniger gut controliren und beim Abzapfen der Reich werke sind mechanische Verluste nicht zu vermeiden Durch das Pattinsoniren wird das Concentriren der Werk entbehrlich und man bedient sich des letzteren Verfahren z. B. zu Tarnowitz nur noch, um die mit Vortheil ve käufliche Glätte aus Abstrichschlackenwerken (II. 261; IV 144) mit 0,013% Ag darzustellen.

Abtreiben mit verschiedenem Brennmaterial.

3) Das Abtreiben geschieht gewöhnlich mit Holzscheiten oder Holzästen (Wellholz, Waasen), seltener mit Torf oder Steinkohlen (Tarnowitz, Vialas, Müsen), welch letzteren dann eine besondere Esse erfordern (Taf. I. Fig. 2; 29; Taf. II. Fig. 30, 31). Das Abtreiben mit Steinkohle hat manche Schwierigkeiten. Wegen der kürzeren Flamm lässt sich auf dem ganzen Metallbade kaum eine gleic mässige, für einen regelmässigen Gang des Treibens erfo

1) Rivot, traité de métallurgie. 1860. II. 260.
2) Freib. Jahrb. 1840. S. 85.

derliche Temperatur erhalten; ist so gefeuert, dass die Temperatur in der Glättgasse richtig, so wird es am Blech und unter den Kannen leicht zu kühl, herrscht hier die richtige Temperatur, so ist es am Glättloch zu heiss, die ausfliessende Glätte wird silberreicher, der Bleiverlust steigt, die Brust wird leicht ausgewaschen und es geht unrein. Die Steinkohlenflamme ist ausserdem qualmiger als die Holzflamme, so dass das Treiben nach dem Schüren stets dunkel und mit Rauch bedeckt wird und man den Stand derselben nur bei zurückgezogener Düse gewahren kann. Der Rauch verlangsamt auch die Oxydation des Bleies, nimmt einen Theil Gebläseluft zur Verbrennung auf, die Temperatur kann sich dadurch zu bedeutend erhöhen und das Treiben dauert länger. Durch Tieferlegen des Rostes lassen sich zwar mehr brennbare Gase erzeugen, aber die Gasfeuerungen[1]) leiden wieder an dem Uebelstand, dass sie eine weniger sichere Regulirung der Temperatur zulassen. Die in grösserer Menge mit übergerissene Flugasche verunreinigt die Glätte und der rapidere Zug lässt eine grössere Blei- und Silberverflüchtigung fürchten. Diese Uebelstände haben selbst da noch Holzfeuerung beibehalten lassen, wo wegen hoher Holz- und niedriger Steinkohlenpreise sich Steinkohlen empfehlen würden [Freiberg].[2]) Wo man Steinkohlen anwendet, da feuert man zweckmässig, um im Ofen besser sehen zu können, wenigstens beim Herannahen des Blickes [Vialas[3]), Tarnowitz] oder schon längere Zeit vorher (Müsen) mit Holz, weil man sonst das Blicken gar nicht sehen kann. Dem Ofen gibt man geringere Dimensionen, als bei Holz. Man spart in Müsen[4]) bei einem Treiben von 600 Ctr. Werken bei theilweiser Anwendung von Steinkohlen gegen Holzfeuerung allein 15 Thlr. Bei Steinkohlen muss man dem Rost geringere Tiefe geben und denselben immer hell erhalten, damit die äussere Luft leicht und im Ueberschuss ins Innere gelangen kann.

1) B. u. h. Ztg. 1849. S. 183.
2) Versuche mit Steinkohlen: Freib. Jahrb. 1843. S. 76. — Erdm., J. f. ök. Chem. V, 206; VI, 199, 381.
3) Rivot, traité de métallurgie. 1860. II, 599, Taf. III. Fig. 10, 11.
4) B. u. h. Ztg. 1863. S. 92.

Es eignet sich deshalb zur Verwendung am Besten eine etwas magere, mit heller Flamme leicht verbrennliche Kohle. Fette Kohlen erfordern einen verstärkten Zug und qualmen nach dem Schüren stärker; eine zu magere, anthracitähnliche Kohle gibt eine zu kurze Flamme und erfordert zu starken Zug, womit immer eine grössere Metallverflüchtigung verbunden ist. Der durch letztere entstehende Verlust ist in den meisten Fällen grösser, als der Gewinn, welcher durch Anwendung von Steinkohlen statt Holzes resultirt.

Windverhältnisse.

4) Man wendet gewöhnlich den Gebläsewind kalt an. Versuche in Freiberg[1]) ergaben bei heisser Luft eine Verzögerung der Arbeit und grösseren Brennstoffaufwand ohne Aenderung des Ausbringens, während sie in Kongsberg[2]) die Glättebildung beschleunigt und somit die Arbeit abkürzt. Die Winderhitzungsröhren liegen hier unterhalb und seitlich oberhalb des Rostes und man wendet grössere Düsen, als bei kaltem Wind an. Die Versuche in Freiberg scheinen deshalb nicht günstig ausgefallen zu sein, weil man besonderes Brennmaterial zum Erhitzen der Luft genommen und die alten Düsen für kalten Wind beibehalten hat.

Während die Flamme der Wölbung der Kuppel folgt und das Metallbad hauptsächlich durch Rückstrahlung erhitzt, sind die Windstrahlen auf das geschmolzene Blei gerichtet und dürfen die Bewegung der Flamme nicht wesentlich alteriren.

§. 41. Treiböfen und Treibgezäh.

Treiböfen.

I. Treiböfen. Die deutschen Treiböfen sind Gebläseflammöfen und bestehen aus 2 Theilen, dem Windofen oder Feuerraum und dem Herdraum, welche beide durch das Flammloch über der Feuerbrücke mit einander verbunden sind. Der Windofen ist meist für Holzfeuerung (Bd. I. S. 528, Taf. XI. Fig. 268—270; Bd. IV. Taf. I. Fig. 25—27; Taf. II. Fig. 32, 33), seltener für Steinkohlenfeuerung (Bd. IV. Taf. I. Fig. 28, 29; Taf. II. Fig. 30, 31) eingerichtet.

Windofen.

A. Windofen. Derselbe hat, je nachdem Holz oder

1) Merbach, Anwend. d. erhitzt. Gebläseluft. 1840. S. 168.
2) Tunner, Leob. Jahrb. 1852. S. 191. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 437.

Steinkohlen angewandt werden, eine tiefere oder höhere Lage des Rostes unter der Feuerbrücke *k*, welche, am häufigsten massiv aus dem Druck des Bleies hinreichend widerstehendem Mauerwerk, zuweilen aber durch einen gusseisernen Kasten gebildet wird, in welchem kalte Luft circulirt [Stadtgrund[1]) in Ungarn]. Dadurch wird die Herdmasse an der Feuerbrücke gekühlt, in Folge dessen das Einfressen der Glätte daselbst vermieden und bei gleichen Verhältnissen das Aufbringen pro Treiben vermehrt. Die Treppen *z'* beim Steinkohlenofen (Taf. II. Fig. 31.) führen zum Aschenfall hinab, die Treppen *z''* zur Kuppel hinauf. *b* Schürloch. *b'* Rost.

Herdraum

B. Der Herdraum besteht aus folgenden Theilen:

Einzelne Theile des Treibofens. Fundament.

1) aus der Grundmauer mit den Kreuzabzügen *e* von 7–10″□, welche gewöhnlich nach 3 Seiten münden und mit Steinen lose überdeckt sind, um

Schlackenherd.

2) den Schlackenherd *f* aufzunehmen. Die Lage zerschlagener Schlacken macht man am Rande höher (14–16″), als in der Mitte (9–11″);

Steinherd.

3) dem Steinherd *g*. Er wird in Form eines Kugelabschnittes aus auf die schmale Kante gestellten Barnsteinen auf dem Schlackenherd aufgeführt, um für die aufzustampfende Herdmasse (Mergel, Asche, Chamotte) eine unwandelbare Unterlage darzubieten. Die Fugen werden durch Darüberkehren von Mergel oder zerkrümeltem Lehm geschlossen. Die genannten beiden Herde sind gewöhnlich kreisrund, seltener oval behuf einer besseren Ausnutzung des Brennstoffs. In Przibram und Ungarn[2]) hat man z. B. solche länglich ovale Herde mit einer steinernen beweglichen Kuppel, auf denen man die Länge der Holzflamme besser, als auf runden benutzen und durch Abtreiben grösserer Quantitäten Werkblei Zeit und Arbeitslohn ersparen will.

Der Durchmesser des kreisrunden Herdes beträgt gewöhnlich 9—10 Fss. bei 100—200 Ctr. Einsatz, geht aber auf 6 Fss. herunter (zu Kongsberg bei Einsätzen von 60—70 Ctr. sehr reichen Bleies) und steigt auf 12 Fss. (zu Ems bei 350 Ctr. Einsatz).

1) Oest. Ztschr. 1856. S. 55.
2) Lampad., Fortschr. 1839. S. 79.

Ofenkranz.

4) dem Ofenkranz *d*, vom Rauhgemäuer *d'* umgeben. Dies ist die aus Bruchsteinen bestehende Mauer, welche den Schlacken-, Stein- und Mergelherd einschliesst. Der obere Theil derselben besteht auch wohl aus Ziegeln. Durch zweckmässig angebrachte Verankerung gibt man den einzelnen Ofentheilen grössere Haltbarkeit. Den durch eine kleine Mauer verstärkten Theil des Ofenkranzes, welcher den Kannen gegenüber zwischen Glättloch und Blechloch liegt und von der Hitze am stärksten zu leiden hat, nennt man Höllenmauer, Hölle *r*;

Haube.

5) der Haube, Kuppel oder dem Treibhute *t*. Dieser ruht in Gestalt eines Kugelabschnittes auf dem Ofenkranz und schliesst den Herdraum von oben. Derselbe besteht gewöhnlich aus einem Gerippe von eisernen Schienen, die mit einer grossen Anzahl nach innen gekehrter Doppelhaken (Federn) versehen sind, an denen der anzubringende Thonbeschlag haften soll (Bd. I. Taf. XI. Fig. 268; Bd. IV. Taf. II. Fig. 30). Im Jahre 1837 hat man in Siebenbürgen, ferner in Pontgibaud, Vialas und auch auf dem Oberharze[1]) die eisernen Hauben aus solchen von gebranntem Thon (Taf. I. Fig. 26, 28) zu ersetzen gesucht. Eine solche Thonhaube bestand auf dem Oberharze aus einer 1–2' im Durchmesser haltenden Centralscheibe, um die sich herum die das Gewölbe des Hutes bildenden, am äussern Rande 6" dicken und in Gestalt von Kreissectoren geformten Thonstücke anschliessen. Ein starker eiserner Ring hält, am äussern Rande herumgelegt, das ganze Gewölbe zusammen. In Bezug auf Dauer und Kosten solcher Thonhauben im Vergleich zu den eisernen haben sich auf Altenauer Hütte im Oberharze folgende Resultate ergeben:

Bewegliche Eisenhauben.

Bewegliche Thonhauben.

Vergleichung beider Haubenarten.

In Bezug des Kostenpunctes bei gleichzeitiger Berücksichtigung der Dauerhaftigkeit liessen thönerne Hauben aus der St. Andreasberger Thonwaarenfabrik nichts zu wünschen übrig. Dieselben hatten jedoch auch ihre Schattenseiten. Wegen ihres bedeutenden Mehrgewichts (eine thönerne Haube wiegt 26—29 Ctr., eine eiserne 11—13 Ctr.) sind die Arbeiter wegen leichteren Reissens des Hängewerks einer

1) Kerl, Oberharz. Hüttenpr. 1860. S. 314.

grossen Gefahr ausgesetzt, und auch während des Treibens kann durch Hereinbrechen einzelner Stücke ausser Metallverlust Gefahr für die Arbeiter entstehen. Man ist deshalb auf dem Oberharze zu den eisernen Hauben wieder zurückgekehrt. Zu Stadtgrund bei Schemnitz[1]) dagegen hat man statt des kostspieligeren und stets reparaturbedürftigen eisernen Hutes ein mobiles flaches Kuppelgewölbe aus porösen feuerfesten Ziegeln beibehalten, welches nur bei 17 Ctr. Gewicht (ein eiserner Hut wiegt 35—40 Ctr.) mittelst Getriebes durch einen Menschen gehoben werden kann.

Gemauerte Hauben.

Beiderlei Arten von Hauben lassen sich mittelst eines Krahns u abheben (Bd. I. Taf. XI. Fig. 268) (Treibherde mit beweglicher Haube) und werden seltener an einem Charnier aufgeklappt (Przibram), wenn man einen neuen Herd schlagen oder den Ofen abkühlen will. Weit unbequemer und weniger angewandt sind die unbeweglichen gemauerten Kuppeln (Treibherde mit fester Haube, Taf. II. Fig. 32). Man hat damit in den Jahren 1844 bis 1848 Versuche auf Altenauer Hütte gemacht. Ihrer Haltbarkeit und der Bequemlichkeit wegen müssen sie hochgewölbt werden. Sie zeichneten sich wegen gänzlich ausgeschlossenen Eisenverbrauchs durch ihre Billigkeit aus (8 bis 9 Thlr., während eine eiserne 150—160 Thlr. kostet, aber 3—10mal so lange hält), erforderten aber nach jedem Treiben eine kostspielige Ausbesserung, mehr Zeit zum Abkühlen und einen weit grösseren Waasenverbrand, ausserdem war die Arbeit ungesund und unbequem. Zwar hätte man den Waasenverbrand durch Erniedrigung des Gewölbes verringern können, allein dadurch wäre die Arbeit noch unbequemer geworden. Bei zu niedrigem Gewölbe schlägt die Flamme rasch über den Treibraum hin, der Herd feuert sich weich und saugt deshalb zu stark Glätte an, während gleichzeitig der Dampf auf dem treibenden Blei zu sehr aufliegt.

Noch gegenwärtig sind z. B. am Unterharz (Taf. II. Fig. 32) solche gemauerte Kuppeln gebräuchlich, ähnlich den Spleissofen (Bd. I. Taf. XI. Fig. 271). Die Oeffnung

1) [illegible]schr. 1856. S. 55.

an der Spitze dient zur Abkühlung des Ofens nach vol endetem Treiben.

In Freiberg überzieht man das Innere des bewegl chen eisernen Treibehutes erst mit einer Schicht Lehm, dan trägt man eine 2 Zoll starke Chamottelage (3 Thon un 1 Quarz) auf und lässt vorsichtig trocknen. Ein solche Ueberzug ist sehr dauerhaft.

In dem Ofenkranze befinden sich folgende Oeffnungen

Glättloch.

a) Das Glättloch *n*, welches mit Herdmasse währen der Arbeit so weit geschlossen gehalten wird, dass sich dasselbe mit der obern Fläche des im Treibofen einge schmolzenen Werkbleies in einem Niveau befindet, so dass die auf dem Metallspiegel sich bildende Glätte ablaufen kann. Sobald sich das Werkblei vermindert, muss der Herdmasse im Glättloch durch Auskratzen ein niedrigeres Niveau gegeben werden, damit die Glätte stets abfliessen kann. Die mittelst des Glätthakens gemachte rinnenförmige Vertiefung nennt man Glättgasse. Sie befindet sich gewöhnlich der Feuerbrücke ziemlich nahe und dem Gebläse schräg (Deutschland), zuweilen auch wohl der Feuerbrücke gegenüber (Ungarn, Siebenbürgen). In letzterem Falle dient sie zugleich dazu, die Flamme und den Rauch abzuleiten. Sie ist unter allen Umständen vortheilhaft mit einer Esse *s* zu versehen, welche zuweilen in Condensationsräume mündet (Tarnowitz, Freiberg, Schemnitz).

Das Glättloch kann durch ein Vorsetzblech mehr oder weniger geschlossen werden.

Blechloch.

b) Das Blechloch *o*, gewöhnlich der Feuerbrücke *k* gegenüber, dient zum Eintragen der Herdmasse und der Werke, so wie zur Ableitung des heissen Gasstroms. Es ist mit einem starken Eisenblech *p* verschliessbar (Bd. I. Taf. XI. Fig 270; Bd. IV. Taf. II. Fig. 32). In Freiberg wird es Schürloch genannt, welche Benennung sich von den Treiböfen der ältesten Construction herschreibt, welche mit keinem Windofen versehen waren und bei denen das Brennmaterial durch diese Oeffnung in den Herd gebracht wurde. Sie dient hier, ausser zur Ableitung der heissen Gase, zum Ein- und Nachsetzen der Werke.

Zuweilen steht das Blech- oder Schürloch mit Condensationskammern in Verbindung (Pontgibaud, Tarnowitz, Freiberg, Vialas) oder doch mit einer Esse behuf Regulirung des Zuges (Victor-Friedrichshütte) oder zum Schutze für die Arbeiter (Taf. I. Fig. 26; Taf. II. Fig. 30). Steinkohlenöfen bedürfen stets einer Esse, zuweilen befindet sich eine solche aber auch an mit Holz gefeuerten Oefen (Victor-Friedrichshütte am Harz). Zu Tarnowitz (Taf. II. Fig. 30, 31) münden mehrere Fuchse w (sonst nur einer, wie in Fig. 26, 28. Taf. I) in die Esse x; der Canal y führt nach den Condensationskammern. Wo auf diese Weise das Blechloch nicht zugängig ist, befindet sich wohl zwischen Windofen und Glättloch noch eine Oeffnung z zum Einbringen der Charge (Vialas, Taf. I. Fig. 29).

Formen.

c) Die Kannen oder Formen q. Sie befinden sich meist zu Paaren gewöhnlich zwischen Flammloch i und Blechloch o oder Fuchs w, der Glättgasse schräg gegenüber, bestehen aus Eisen und liegen meist im Niveau oder nur wenig tiefer, als die Feuerbrücke. Liegt das Glättloch gerade den Kannen gegenüber und blasen letztere auf ersteres direct zu, so entstehen leicht silberreiche Glätten [Vialas, Pontgibaud[1]), Taf. I. Fig. 27, 29]. Ihre Einlegung geschieht gewöhnlich so, dass sich die Windströme in der Mitte des Herdes kreuzen. Damit nun bei stossweise wirkenden Spitzbälgen der aus den Kannen hervortretende Windstrahl nicht mit zu grosser Heftigkeit auf einen Punct wirkt und verschiedene Richtung erhalten kann, auch beim Balgwechsel die Flamme nicht eingesogen wird, hängt man wohl vor die Formöffnungen an eisernen Stäben (Angeln) leicht bewegliche eiserne Scheiben (Klappen, Klippen, Schnepper, Blätter, Taf. II. Fig. 32) auf, welche den Windstrom brechen und gleichmässiger auf die Peripherie der geschmolzenen Oberfläche vertheilen, so dass dadurch eine treibende Bewegung entsteht, wobei die Glätte der Glättgasse zugeführt wird (Oberharz, Freiberg).

Wo Cylindergebläse mit nahe continuirlichem Windstrome zu Gebote stehen, kann man die Schnepper entbehren

1) B. u. h. Ztg. 1851. S. 345, 375.

und dem Wind durch Stellung der Düsen die erforderlich Richtung geben.

Auf einigen französischen Hütten[1]) (Pontgibaud), so wie auch in Sala wendet man wohl 3 Formen (Taf. Fig. 27) zur Beschleunigung des Prozesses an, erhält aber meist reichere Glätten.

Nicht selten trifft man bei Cylindergebläsen auch Oefen mit nur einer Kanne (Taf. I. Fig. 29), welche in Kongsberg eine mundförmige Oeffnung hat, in der Mitte verengt und an den Seiten erweitert ist, während die Mitte gegen die Seiten um 1 Z. vorsteht. Der Wind bestreicht dabei den Herd strahlenförmig.

Zur Clausthaler Hütte wendet man seit Einführung der Cylindergebläse statt zwei Kannen nur eine an, weil sich bei zweien die Glätteschwalen kreuzten und dem Glättloch ungleichmässiger zugetrieben wurden.

Zuweilen bläst man bei 2förmigen Oefen gegen das Ende des Prozesses nur mit einer Form bei stärkerer Windpressung, um den Herdraum weniger abzukühlen.

Gebläse. II. Gebläse. Man war früher der Ansicht, dass die auf das Metallbad zu leitenden Windströme absätzig blasen müssten, um Glätte zu erzeugen und nach dem Glättloch zuzutreiben, weshalb man die Spitzbälge für vortheilhaft Gebläse hielt, zwei derselben hinter jeden Ofen legte und sie abwechselnd blasen liess, indem man durch Schnepper (S. 161) vor den Formen das Ansaugen der Flamme beim Balgwechsel vermied. Man hat sich jedoch später überzeugt, dass Cylindergebläse bei ihrem nahe continuirlichen Luftstrom einen regelmässigeren und reineren Gang des Ofens, eine bequemere Arbeit wegen leichterer Regulirung des Windes, weniger für den Arbeiter schädlichen Rauch und ein besseres Silberausbringen geben, indem sich weniger Silber verflüchtigt und das Werkblei weniger leicht mechanisch aus dem Glättloch gespritzt wird [Oberharzer Erfahrungen].[2]) Bei dem continuirlichen gepressten Windstrom bedarfs der Schnepper nicht und es genügt eine Form

1) B. u. h. Ztg. 1851. S. 345, 375.
2) B. u. h. Ztg. 1860. S. 431.

in welcher die bewegliche Düse liegt (S. 161). Zuweilen combinirt man bei Cylindergebläsen einen stossweisen Gang mit einem continuirlichen.

Treibofengezäh.

III. Treibofengezäh. (Bd. I. Taf. XVI). Man braucht:

1) beim Schlagen des Herdes: eine Mergelkrahle (Fig. 442) zum Anmachen und Andrücken des Mergels im Herd, hölzerne Stampfer (Fig. 444) von etwa 8 Z. Durchmesser, Bleikolben (Fig. 445) von 6 Z. Durchmesser und eisernes Fäustel (Fig. 446) zum Aufstampfen des Herdes, Schrappe (Fig. 447), ein 3 Z. breiter und $^1/_2$ Z. starker gekrümmter Holzspan zum Auskrempen des Herdes, Setzwage, Spurscheere (Fig. 448) zum Ausschneiden der Blickspur, Wassereimer etc.;

2) beim Abtreiben: Abziehhaken von etwa $3^1/_2$ F. Länge (Fig. 441) zum Abziehen des Abstrichs mittelst eines angespiessten Holzknüppels, Glätthaken (Fig. 440) von $3^1/_2$–8 F. Länge und Glättmeissel (Fig. 439) von 3 F. 6 Z. Länge zum Arbeiten in der Glättgasse, zweizackige Gabel (Gems) zum Fassen der Werkbleischeiben beim Nachsetzen, Silbermeissel zum Ausheben des Blicksilbers (Fig. 443), Silberhammer zum Reinigen des Blicksilbers, Keilhaue, Glätteisen und Hebebaum zum Wegschaffen der Glättebatzen, Forke und Schaufel zum Wegschaffen des Abstrichs, Kästen oder Töpfe zur Aufnahme der Glätte, Gerenne beim Abkühlen des Blicksilbers etc.

§. 42. Verfahren beim Abtreiben.

Verschiedene Perioden und Producte des Treibprozesses.

Beim Treibprozess lassen sich folgende Perioden unterscheiden:

Herdschlagen.

1) Das Schlagen, Zustossen oder Ausstampfen des Herdes *h*. Die auf dem Steinherd als feuerfeste Unterlage für das treibende Werkblei aufzustampfende Herdmasse muss folgende Eigenschaften haben:

a) Sie darf keine Substanzen enthalten, die auf's Bleioxyd reducirend wirken, daher die Unbrauchbarkeit des Gestübbes.

b) Sie muss durch die Hitze womöglich gar nicht verändert werden (nicht reissen, Gasarten entwickeln etc.)

[illegible] muss etwas Bleioxyd einsaugen können, aber [illegible]ben, mit dem Bleioxyd eine chemische

Söge die Herdmasse gar kein Bleioxyd ein, so würde das Treiben sehr lange dauern und viel Brennmaterial erfordern.

Als Materialien von solcher Beschaffenheit sind im Gebrauch:

[...]scherherd. a) Ausgelaugte Holzasche (Seifensiederasche) gewöhnlich mit einem Zusatze von gebranntem Kalk. Sie muss zur Entfernung der sich mit dem Bleioxyd leicht verglasenden Alkalien ausgelaugt und zur Zerstörung aller kohligen Theile vorher ausgeglüht sein (Bd. I. S. 368). Die ausgelaugte, mit $^1/_{24}$ — $^1/_{16}$ gebranntem Kalk und der Hälfte schon gebrauchtem Aescher gemengte Asche wird gesiebt, unter Befeuchten mit Wasser durchgeharkt und einige Stunden stehen gelassen, bis sie sich ballen lässt, ohne in der Hand das Gefühl der Feuchtigkeit zu hinterlassen.

Dieses Herdmaterial, früher allgemein in Anwendung, hatte besonders die Nachtheile, dass es mehr Glätte, als man wünschte, und verhältnissmässig viel Silber einsog, und zwar variable Mengen von beiden, weil der Aescher nicht immer von gleicher Zusammensetzung erhalten werden kann. Es ist deshalb in neuerer Zeit meist

[...]ergelherd. b) durch den Mergel verdrängt, von dessen Eigenschaften und Anwendung auf verschiedenen Hüttenwerken im Bd. I. S. 368 weiter die Rede war. Auch macht man Compositionen von Aescher und Mergel.

Man hat damit gegen Aescher im Allgemeinen folgende Vortheile erzielt:

α) Mergel ist meist billiger als Aescher und gleichmässiger.

β) Er saugt weit weniger Bleioxyd und dem entsprechend weniger Silberoxyd ein, so dass man mehr Glätte und Silber ausbringt, dagegen weniger bleioxydhaltigen Herd erhält, durch dessen nochmalige nothwendige Verarbeitung also weniger Metallverlust und Kosten verursacht werden.

[...]rstellung d. [...]ergelherds. Die Präparation des Mergels als Herdmaterial besteht darin, dass man ihn pocht, durch ein Sieb wirft (am Unterharz z. B. mit 64 Löchern pro □") und gleichmässig, aber weniger befeuchtet, als die Holzasche. Dieses Befeuchten muss vorsichtig geschehen, damit sich keine Wassernester (Wassergallen) bilden, deren Feuchtigkeit sich nicht wie bei

der Asche durch ihren Kaligehalt vertheilt. Man siebt deshalb zu Oker, um alle Klumpen zu entfernen, den befeuchteten, mit schon gebrauchtem Mergel versetzten frischen Mergel durch ein Sieb mit 4 Löchern pro □'', trägt ihn dann in den Herd ein und stampft ihn in Gestalt eines Kugelsegmentes fest. Entweder bringt man die ganze zu einem Herd erforderliche Masse auf einmal in den Ofen (Ungarn) oder stampft sie schichtenweis auf, indem man die Oberfläche der vorhergehenden Schicht jedesmal rauh macht, oder man stampft sie vom Kranze ab in concentrischen Kreisen nach der Mitte zu fest (Oberharz, Unterharz).

Da, wo sich demnächst das Blicksilber ansammeln soll, wird eine zirkelrunde Vertiefung in den Herd geschnitten (die Spur, Blickspur), am Unterharz von 14—16'' Durchmesser und $^1/_8$—$^1/_4$'' Tiefe, am Oberharz von 10—16'' Durchmesser und $^1/_2$'' Tiefe, in Freiberg von 20—30'' Durchmesser. Gewöhnlich liegt der tiefste Punct des Herdes, also auch die Spur, in der Mitte, zuweilen rückt man ihn bald der Feuerbrücke, bald dem Gebläse näher. Die letztere Lage ist dann zweckmässig, wenn das Silber schon auf dem Treibherde möglichst fein gebrannt werden soll (Ungarn).

Der Herd muss so fest gestampft sein, dass er mit dem Finger keine Eindrücke mehr annimmt. Die Brust (so nennt man die im Glättloch befindliche Mergelmasse, über welche demnächst die Glätte aus dem Ofen läuft) muss vorzugsweise recht fest gestampft werden und nach dem Herde zu möglichst flach zulaufen. Sie wird gewöhnlich einige Zoll höher gemacht, als demnächst der Metallspiegel zu stehen kommt.

Eigensch eines g Mergelhe

An einen guten Herd stellt man folgende Anforderungen:

a) Gehörige Form. Dem Herde die passende Form zu geben, erfordert grosse Uebung und Geschicklichkeit und dieselbe ist vorhanden, wenn während der ganzen Dauer des Treibens der Metallspiegel an seiner Peripherie hinreichend mit Glätte (Glättrand) versehen ist, das Treiben stets bis zum Blicken rund steht und die Blickspur gehörig abgewogen ist. Der Herd wird vom Kranze herab bis auf die Herdfläche gehörig ausgekrämpt, besonders unter den

Kannen. In der Hölle und vor der Brust muss er am höchsten sein, damit das Treiben an der Kannenseite immer gehörige Glätte hat (nicht kahl geht). Bei unebenem, wellenförmigem Herde bleiben einzelne Sümpfe von Werkblei und Glätte stehen, wodurch Metallverluste entstehen können. Hat der Herd zu viel Fall und läuft er zu steil nach der Mitte zu, so erhält der Metallspiegel weniger Oberfläche, es glättet langsamer zu, das Treiben wird bedeutend verlängert und mehr Brennmaterial verbraucht. Auf einem zu flachen Herde glättet es schwer, blickt aber leichter, als auf einem muldigeren. Setzwage und Erfahrung müssen stets zu Hülfe genommen werden.

b) Hinreichende Festigkeit. Diese ist vorhanden, wenn der Herd keine Eindrücke mit den Fingern mehr annimmt. Ist er zu locker, so saugt er zu viel Blei- und Silberoxyd ein; bei zu grosser Dichtigkeit enstehen leicht Risse. Zu trockner Mergel oder ein schiefes Stossen (Prellen) verursacht ein Ablösen von Schaalen, in Folge dessen der Herd von eindringendem Metalle gehoben werden kann. Dabei dringen auch wohl Werkblei und Glätte in den Stein- und Schlackenherd ein (das Treiben geht durch oder wirft sich um). In solchen Fällen zapft man die noch auf dem Herde stehenden Werke ab, reisst den Mergel- und Steinherd weg und sammelt das Blei aus den Schlacken, nöthigenfalls durch Saigerung, unter oft nicht unbedeutenden Verlusten wieder. Zur Vermeidung des Umwerfens des Treibens schlägt man in Freiberg anstatt des Schlacken- und Steinherdes einen Chamotteherd. Die Masse dazu besteht aus Thon und Quarz, der in verschiedenen Korngrössen von Haselnuss- bis Hirsekorngrösse im Verhältniss von 3 : 1 mit dem Thone innig gemengt und dann im Ganzen, nicht in Lagen, eingeschlagen wird. Die Chamottemasse nimmt den ganzen Ofenraum zwischen den Kreuzabzügen und dem Mergelherd, der auf den Chamotteherd kommt, ein. Erstere sind in der Mitte mit einem groben eisernen Siebe, sonst aber lose mit Steinen bedeckt. Ein solcher Chamotteherd behält sehr lange die Eigenschaft, die Feuchtigkeit des Mergelherdes aufzusaugen, und braucht etwa nur einmal jährlich eingeschlagen zu werden. Bevor

[Margin: Chamotteherd.]

der Kalk-Mergelherd darauf kommt, muss der Chamotteherd 5—6 Stunden lang vorsichtig abgewärmt werden. Eine Herdmasse aus Thon, Sand und Mergel hielt sehr gut, auch ein Gemenge von gebranntem und ungebranntem Thon.

c) Gehörige Dicke. Diese muss vorhanden sein, damit das Metall den Herd nicht durchdringt. In Freiberg wird der Herd in der Mitte 8 Zoll, am Rande 9 Zoll stark aufgetragen und bis zu 2 Zoll Dicke zusammengestampft. Um frischen Mergel zu sparen, bringt man da, wo der Herd am dicksten sein muss, alten bleioxydfreien Mergel vom vorigen Treiben (Herdmergel) unter ersteren.

Einsetzen Werke.

2) Das Einsetzen der Werke. Dieses geschieht bei abgehobener Haube von oben oder durch das Blechloch, indem am besten etwa $^2/_3$ der Werke vors Flammenloch und $^1/_3$ in die Hölle gebracht wird. Man setzt, wie bereits S. 152 bemerkt, entweder die ganze Quantität zu einem Treiben bestimmter Werke (60—350 Ctr.) mit einem Male ein (Ober- und Unterharz, Ungarn etc.) oder nur einen Theil derselben und fügt das Uebrige beim Beginn der Glätteperiode oder bei reinen Werken bald nachher theils continuirlich in kleineren Partien, theils zur Erlangung reinerer Glätte in grösseren Mengen auf einmal durch das Blechloch auf den Herdrand nach und lässt die Barren abschmelzen (Freiberg). Dabei legt man die laufende Glättgasse zu, macht eine höhere auf und setzt so lange nach, bis diese zu laufen anfängt; in Freiberg geschieht dies gewöhnlich, wenn 2—3 Kästen à 14—15 Ctr. Glätte abgelaufen sind. Beim Zulegen der alten und beim Aufmachen der neuen Gasse stellt man das Gebläse ab.

Im Allgemeinen sind grössere Treiben wegen geringeren Erfolges von Herd und Vorschlägen, so wie wegen eines geringeren Brennmaterialaufwandes vortheilhafter als kleinere.

Nach dem Einsetzen werden die Werke entweder mit Holzscheiten und glühenden Kohlen bedeckt (Freiberg) oder dies geschieht nicht (Harz). Dann setzt man die Haube auf und verstreicht die Fugen zwischen derselben und dem Kranz.

Einfeuern Werke.

3) Das Einfeuern der Werke. Dieses bezweckt das Abwärmen des Herdes und das Einschmelzen des Werk-

bleies bei allmälig steigender Hitze. Das Feuern geschieht mit Holzästen oder Steinkohlen (S. 154), seltener mit Torf.

Dieses Einschmelzen ist eine Art Saigerung, wobei das reine Werkblei ausschmilzt, während die verschiedenen minder leichtflüssigen Stoffe auf die Oberfläche des Metallbades gehen. Der sich bildende Ueberzug (Abzug) besteht theils aus dem Werkblei mechanisch beigemengten Stoffen, theils aus Blei, Kupfer, Zink, Antimon, Arsenik, Silber etc. im oxydirten und geschwefelten Zustande. Weil während des Einfeuerns der Gebläsewind noch nicht wirkt, enthält der Ueberzug wenig Bleioxyd, daher seine Strengflüssigkeit.

Abzug.

Bei sehr unreinen Werken besteht er aus einer mussigen, strengflüssigen, schlackigen, oft sandigen Masse, welche unter dem Namen Abzug (Bd. I. S. 778; II. S. 266, Unterharz) mittelst eines angespiessten runden Streichholzes durch das Glättloch von dem Metallbade abgezogen wird. Waren die Werke reiner, so lässt man den schwächeren Ueberzug beim Einfeuern unbeachtet (Oberharz) und er wird nicht abgezogen. Durch fortwährende Unterhaltung der Feuerung sucht man diese Periode möglichst abzukürzen.

Weichfeuern der Werke.

4) Das Weichfeuern der Werke. Nach Entfernung des Abzuges zeigt sich die Oberfläche des Bleies nicht lange blank, dieselbe überzieht sich abermals mit einer mussigen Kruste. Diese, sie mag nun bei unreinen, namentlich antimon- und arsenhaltigen Werken nach Entfernung des Abzuges, oder bei reineren Werken beim Einfeuern schon entstanden sein, wird durch verstärktes Feuern (Weichfeuern) bei gleichzeitiger Anlassung des Gebläses verschlackt und zum Fluss gebracht, so wie auch die Oberfläche des Werkbleies durch passende Stellung der Blätter in eine kreisende Bewegung versetzt, wodurch dieselbe gleichmässig erhitzt wird.

Die verschlackte Oberfläche, Abstrich (Bd. I. S. 778; II. S. 266) oder schwarze Glätte genannt, muss ebenfalls von dem Metallbade abgezogen werden, und damit beginnt:

Abstricharbeit.

5) die Abstricharbeit. Der Abstrich ist anfangs schaumig, schwarz, unvollkommen metallisch glänzend und wird gegen Ende der Periode grau und grünlich gelb und dicht. Er enthält metallisches und oxydirtes Blei, ausserdem alle leicht oxydirbaren Metalle des Werkbleies (Zink,

Abstrich.

Eisen, Wismuth, Antimon, Arsenik etc.): namentlich concentrirt sich darin das Antimon, theils im oxydirten Zustande, theils als Schwefelmetall mit Bleioxyd verbunden. Abzug und Abstrich enthalten mehr Silber als Glätte, was wohl ihrem Gehalte an Schwefelmetallen zuzuschreiben ist. Nach FOURNET[1]) enthalten die Abstriche als wesentlichen Bestandtheil Bleioxyd, welches die Eigenschaft hat (als zweiten Hauptbestandtheil) Schwefelantimon und Schwefelarsen aufzunehmen. Letztere Verbindungen vermögen Schwefelkupfer und Schwefelsilber mit in die Verbindung hineinzuziehen; ausserdem sind die Radicale der genannten Verbindung im oxydirten Zustande darin vorhanden. Beim Rösten verliert der Abstrich wegen Zersetzung der Schwefelungen seine schwarze Farbe.

Während des Abstrichziehens verstärkt man zur Beschleunigung der Verschlackung Hitze und Gebläse. Das Abziehen wird dadurch erleichtert, dass man durch das Glättloch angefeuchtete Kohlenlösch auf die Oberfläche streut, wobei ein Aufblähen des nun leicht zu entfernenden Abstrichs entsteht. Es ist besser, den Abstrich abzuziehen, als durch das Glättloch ablaufen zu lassen; man schont dabei die Brust mehr, der Abstrich bleibt länger im Ofen und wird blei- und silberärmer und die Grenze zwischen Abstrich- und Glättperiode ist schärfer.

Die Menge des sich bildenden Abstrichs hängt hauptsächlich von der Unreinigkeit des Werkbleies, dann aber auch von der Temperatur ab. Bei reinerem, z. B. raffinirtem Werkblei (Freiberg), entsteht gar kein Abstrich, nachdem zuvor der beim Einfeuern in geringer Menge gebildete Bleidreck (Abzug) weggenommen.

Sobald die schwarze Farbe des ersten Abstrichs in eine grünlichbraune und die mussige Consistenz in eine mehr zähe übergegangen ist, so sind die schwerschmelzigen und

---

1) FOURNET, über die gegenseitigen Einwirkungen, welche zwischen den Schwefelmetallen und dem Bleioxyd stattfinden. ERDM., J. f. ök. Ch. I, 48, 63, 72. BERTHIER, über denselben Gegenstand. Probkst. I, 328; DINGL. XXIX, 139; POGG. Ann. XV, 278; BODEM., Probkst. S. 292; BERZEL. Jahrb. IX, 133. BERTHIER, über den Abstrich. Ann. d. min. I. Sér. VIII, 903.

leicht zerstörbaren Oxyde des Zinks, Eisens und Kupfers meist entfernt und der Abstrich besteht grösstentheils nur noch aus antimonsaurem Bleioxyd. Je mehr letzteres sich abscheidet, um so deutlicher tritt die gelbe Farbe des reinen Bleioxydes hervor, die dem Abstrich eigenthümliche zähe schlackige Beschaffenheit verschwindet und geht in einen kurzen heissgrädigen Zustand über; die Masse fliesst nicht mehr ganz dünn bis auf die Hüttensohle herab, sondern pflegt schon an der Ofenbrust zu erstarren. Sobald diese Erscheinungen hervortreten, sieht man das Abstrichziehen als beendigt an und lässt die Temperatur und Gebläseluftmenge etwas sinken. Das Eintränken reicher Silbererze (S. 58), wo es üblich ist, findet gegen Ende dieser Periode statt.

Glättearbeit.

6) Die Glättearbeit. Nach gehöriger Reinigung der Brust vom Abstrich wird in derselben mit einem eisernen Haken (Glätthaken am Harz) oder mittelst eines sägenartigen Instrumentes (Freiberg) eine Rinne (die Glättgasse) anfangs (bei dem ersten Batzen) nach der Hölle, dann nach der Windofenseite zu ausgekratzt, durch welche die ihr durch den Windstrom zugetriebene Glätte ihren Abfluss findet. Die Glättgasse soll bei einem gut eingerichteten Treiben nur so weit eingeschnitten sein, dass der Abfluss der Glätte nach dem Stillstand des Gebläses aufhört.

Geht das Antimon nicht im Abstrich weg, so hält die Glättebildung schwer, weil sich das Blei nicht gern früher oxydirt, als das Antimon. Hieraus erklärt sich die lange Dauer des Treibens auf manchen Hütten (z. B. zu Müsen, Holzappel) bei Verarbeitung eines antimonreichen Werkbleies. Nur durch ein anhaltendes, nicht zu scharfes Feuer lässt sich das Antimon durch Verdampfung und Verschlackung entfernen.

Hauptmomente in dieser Periode.

In dieser Periode der Glättbildung kommt es hauptsächlich auf folgende 3 Momente an:

a) Auf richtige Feuerung. Im Allgemeinen erhält man während des grössten Theils der Glättezeit die Temperatur so mässig als möglich, um thunlichst wenig Verlust an verflüchtigtem Blei und Silber zu haben und das Einfressen an der Feuerbrücke und in der Glättgasse zu verhüten, weil sonst leicht Werkblei ausfliesst. Bei zu niedriger

Temperatur geht das Treiben zu langsam; das in die wenig flüssige Glätte aufgenommene oxydirte Silber kommt weniger leicht mit metallischem Blei in Berührung und kann sich nicht wieder reduciren, weshalb zu kalte Treiben silberreiche Glätten liefern. Ausserdem kann die Glätte der Gasse durchs Gebläse nicht gehörig zugetrieben werden, es geht unrein; bei zu hoher Temperatur findet einmal Verlust an Blei und Silber durch Verflüchtigung, dann aber auch ein solcher dadurch statt, dass viel von der hitzigeren und dünnflüssigeren Glätte vom Herd eingesogen wird. Dabei leidet der Ofen sehr. Durch das Einsaugen eines mässigen Theiles Glätte in den Herd wird der Treibprozess abgekürzt.

Herddrang.

Dabei zeigt sich fast immer gegen und bis zum Ende des Prozesses (beim 4. oder 5. Batzen), am stärksten bei einem festen Herde, die Erscheinung des sogenannten Herdranges, Herdtrankes. Im ganzen Umfange des Glättrandes zeigt sich ein Blasenwerfen, welches von der entweichenden Feuchtigkeit und der Kohlensäure des erweichten Herdes verursacht wird. Mit der kleiner werdenden Peripherie des Glättrandes rückt das Blasenwerfen gleichzeitig dem Mittelpunct des Herdes zu, wo es dann vor dem Blicken entweder ganz verschwindet oder zu einer Blase im Mittelpuncte des Metallkuchens sich vereinigt. Mit diesem Herddrange ist das gleichzeitige Einsaugen von Glätte in den Herd verbunden, weshalb das Treiben hinreichend viel Glätte enthalten muss. Die Gasentwicklung darf nicht zu heftig sein, weil dies auf eine zu hohe Temperatur deutet, aber auch nicht zu gering, weil sonst der Glättrand leicht erstarrt. Man sieht es gern, wenn der Herddrang vor dem Blicken des Silbers verschwindet und vermeidet denselben wohl durch längeres Abwärmen des Herdes (Holzappel).

Im Allgemeinen muss die Feuerung während der Glättebildung im Anfang stark, nach Beginn des Treibens schwächer und gegen das Ende wieder stärker geführt werden, weil die Legirung mit abnehmendem Blei immer strengflüssiger und der Ofenraum grösser wird.

Zur Beurtheilung der Temperatur dient hauptsächlich die Farbe und der Flüssigkeitsgrad der Glätte, sowie die mehr oder weniger lebhafte Rauchbildung. Bei zu hoher

Temperatur zeigt sich auf dem Metallbade ein dicker Bleirauch, die Glätte frisst stark in der Gasse ein und fliesst, ohne unter der Brust zu erstarren, bis auf die Hüttensohle hinab und auf derselben hin; bei zu niedriger Temperatur verschwinden die Bleidämpfe fast ganz, so dass man vom Glättloch aus die Kannen deutlich sieht; die Glätte zeigt beim Ausfliessen dunkle Flecken, tritt nur spärlich aus oder erstarrt schon vor dem Ausfliessen. Bei richtiger Temperatur entwickelt sich so viel Rauch, dass man das Treiben mindestens bis zur Hälfte übersehen kann.

b) Auf richtige Windführung. Zu Anfang wird das Gebläse verstärkt, damit der Wind gehörig oxydiren und die Glätte der Glättgasse zu treiben kann; bei abnehmendem Treiben wird es geschwächt. Man muss fortwährend danach trachten, das Metallbad von einem 1—1½ Fss. breiten Glättrand umgeben zu erhalten. Ist er zu gross, so wird die weitere Oxydation des Bleies dadurch verzögert, ist er zu schwach, so fliesst leicht mit der Glätte gleichzeitig Werkblei aus und die Verflüchtigung von Blei und Silber ist grösser. Nach SCHREDER[1]) liegt der Schmelzpunct des Bleioxydes bei 981°, während Blei schon über seinen Schmelzpunct von 322° wenig hinaus zu verdampfen beginnt. Da nun, um die Glätte flüssig zu erhalten, eine Temperatur von über 980° beim Treiben zu unterhalten ist, bei welcher viel Blei verdampfen würde, so ergibt sich zur Verhütung einer zu grossen Verflüchtigung die Nothwendigkeit, einen hinreichend breiten Glätterand durch nicht zu bedeutendes Ablassen der Glätte durch die Glättegasse zu unterhalten. Bei einem solchen ist es wegen verminderter Bleirauchbildung ziemlich hell im Ofen. Auf manchen Hütten (Holzappel, Ems) beobachtet man keinen Glättestand, sondern lässt die Glätte periodisch ablaufen, sobald das Metallbad ganz damit bedeckt ist. Der Blei- und Silberverlust soll hierbei sich vermindern. Der Glättrand verhindert auch das Stehenbleiben von Metallkörnern auf dem Herd. Mittelst der Schnepper oder durch Stellung der Düsen kann man dem Winde jede be-

1) Bericht über die 2. allgem. Versamml. v. Berg- u. Hüttenmänner zu Wien. Wien, 1862. S. 96. — B. u. h. Ztg. 1860. S. 432.

liebige Richtung geben. Diese wird zu Anfang der Glättperiode so geleitet, dass der Wind aus beiden Kannen nach entgegengesetzter Richtung geht; je nach dem verschiedenen Stand der Glätte erleidet diese Windführung Modificationen. Gegen das Ende müssen sich die Windstrahlen hinter der Spur kreuzen. Die Windpressung wechselt in den einzelnen Perioden des Treibens ab, etwa zwischen 5 und 9 Lin. Quecksilber bei 2 Düsen von $1^3/_4$ Z. Weite. Wie bemerkt (S. 162) lässt man vor dem Blicken wohl nur aus 1 Düse blasen, und zwar mit 9—10 Lin. Pressung. Auf den Oberharzer Hütten ist die Pressung in der Abstrichperiode am stärksten, zu Anfang der Glättebildung am schwächsten, wird während derselben aber wieder gesteigert, namentlich kurz vor dem Blick.

c) Auf richtige Führung der Glättgasse. Bei zu tief ausgeschnittener Glättgasse wird zwar der Bleiverlust und der bleiische Herd weniger stark, allein es läuft leicht Werkblei mit aus (es geht unrein) und die Glätte wird silberreich. Bei zu langsamem Abfluss der Glätte (bei zu flacher Führung der Glättgasse) sammelt sich die Glätte zu sehr auf dem Treiben an; hierdurch wird die Einwirkung des Gebläses auf die Werke verhindert, es entsteht ein Verlust an Zeit, Brennmaterial und Blei, und es bildet sich ein um so stärkerer Herd. In solchem Falle schneidet man wohl eine zweite Gasse aus. Zu Anfang wird die Glättgasse nach der Höllenseite zu ausgeschnitten, gegen das Ende an der Windofenseite, der verschiedenen Temperatur wegen. Bei zu breiter Glättgasse kann ein Unreingehen durch Einlegen von Mergel weniger leicht beseitigt werden.

Nach dem Beginne der Glättperiode findet das Nachsetzen (S. 152) statt, wo es üblich ist.

Sobald die Glätte, durch freiwilliges Ablaufen oder Abziehen aus dem Herde entfernt, so weit abgenommen hat, dass sie die Oberfläche des Silberkuchens nicht gehörig bedecken kann, so zeigt die geschmolzene Masse einen bedeutenden Glanz und die helle Farbe des Silbers wird bemerkbar (das Blumen des Silbers). Dies giebt eine Andeutung, dass die Periode des Blickens bevorsteht. Das Blumen wird dadurch hervorgerufen, dass die Glätte auf der convexen Oberfläche

des Silbers einen netzartigen, beweglichen Ueberzug bildet zwischen dem das Silber bald hier, bald dort mit seinem bedeutenden Glanze durchblickt.

Producte der Glättarbeit.

Die Producte der Glättarbeit, die **Glätten**, sind, jenach dem sie von verschiedenen Perioden der Glättarbeit gefallen sind, verschieden zusammengesetzt. Man unterscheidet in dieser Beziehung:

Erste Glätte.

a) Die **erste, unreine, kupferige, schwarze oder wilde Glätte**. Sie ist noch sehr unrein, eignet sich deshalb nicht zum Verkauf und zum Frischen und wird gewöhnlich mit der letzten silberreichen Glätte unter dem Namen **Vorschläge** beim Hüttenbetrieb wieder verwandt. Meistens enthält die schwarze Glätte eben so viel Blei, wie die gelbe, und scheint ihre dunkle Farbe, wenn sie sich an der Oberfläche der Bruststücke ansetzt, oft nur von der schnellen und anhaltenden Berührung mit der atmosphärischen Luft herzurühren. Die durch die Glättgasse auslaufende Glätte sammelt sich gewöhnlich auf der Hüttensohle in dicken Klumpen, sogen. **Batzen**, von 20–30 Ctr. Gewicht an, welche man mittelst Brechstangen auf Walzen zur Seite schafft.

Die erste Glätte hat gewöhnlich eine braune oder grüne Farbe, welche vorzüglich von einem Eisen- und Kupfergehalt herrührt, daher auch der Name **kupferige Glätte** dafür. Pattinsonirte Reichbleie geben, wahrscheinlich von den Pattinsonschen Kesseln herrührend, häufig eine eisenhaltige grüne Glätte.

Verwandtschaft des Kupfers und Bleies zum Sauerstoff.

Die Verwandtschaft des Kupfers und Bleies zum Sauerstoff scheint fast gleich gross zu sein, da sich vom Anfang bis zu Ende der Treibarbeit ein, wenn auch immer geringer werdender Kupfergehalt in der Glätte zeigt. Ein Kupferoxydulgehalt macht die Glätte dünnflüssiger, aber auch strengflüssiger. Umgekehrt hat Berthier[1]) die Thatsache beobachtet, dass Kupferoxydul beim Zusammenschmelzen mit Blei letzteres oxydirt, was mit der allgemeinen Annahme

1) Dingl., XXII, 266. — Berthier, met. analyt. Chem. deutsch von Kersten I, 314. — Karst., Met. V, 270. Erdm., J. f. ök. und techn. Ch. II, 521.

übereinstimmt, dass das Kupfer zum Sauerstoff weniger verwandt ist, als Blei.

Diesen paradox scheinenden Thatsachen liegt das folgende Gesetz zum Grunde: beim Zusammenschmelzen irgend eines der oxydirbaren, sogen. unedlen Metalle (z. B. Blei) mit dem Oxyde eines andern dieser Metalle (Kupferoxyd) erfolgt stets wenigstens theilweise Oxydation des ersteren und die relative Menge des gebildeten Oxyds ist abhängig von der relativen Menge des angewandten Oxyds und von dem Grade, in welchem sich das Metall electropositiv zum Oxyde und umgekehrt das Oxyd electronegativ zum Metall verhält. Hiernach kann Kupferoxydul das Blei und Bleioxyd das Kupfer oxydiren, je nachdem eines der beiden Oxyde in bedeutendem Ueberschusse vorhanden ist.

Arme Glätte

b) Arme Glätte (I. 774; II. 250). Dieselbe sieht anfangs, wenn sie aus der Glättegasse ausgelaufen und sich zu einem Batzen geformt hat, gelb aus. Lässt man die zur Seite geschafften Batzen langsam erkalten, so springen sie nach allen Seiten hin auf und es zeigt sich in den Spaltungen eine rothe, schuppige, leicht zerreibliche Masse (rothe Glätte, Goldglätte, Verkaufsglätte), während die rasch erstarrte Kruste ihre Farbe und Cohäsion behält und in mehr oder weniger dicken Stücken resultirt (gelbe Glätte, Silberglätte, Frischglätte). Beide Sorten Glätte haben dieselbe Zusammensetzung und der Grund ihres verschiedenen Aggregatzustandes liegt nach Fournet und Levol (I. 775) darin, dass die flüssige Glätte Sauerstoff im Treibofen absorbirt, ähnlich wie Silber, und diesen beim Erkalten unter Bildung reichlicher Spalten entlässt, wobei auf noch nicht näher gekannte Weise vielleicht durch Wirkung der Expansivkräfte sich die isomere rothe Modification erzeugt.

Dieser Fall hat Aehnlichkeit mit der Entstehung von glasiger und amorpher arseniger Säure, rothem und gelbem Quecksilberjodid etc. Unreine Glätte gibt beim Erkalten wenig oder gar keine rothe Glätte, indem erstere wahrscheinlich nicht, wie die reine Glätte die Eigenschaft besitzt, Sauerstoff in der Hitze zu absorbiren. Ausserdem bedürfen unreinere, z. B. kupferhaltige Glätten, um flüssig zu bleiben, mehr

Hitze und bilden bei der erforderlichen schärferen Feuerung keine Glättebatzen, sondern laufen an der Brust herunter auf die Hüttensohle, erstarren daselbst rasch und geben in Folge dessen keine rothe Glätte.

Die rothe Glätte eignet sich wegen ihrer feinen mechanischen Zertheilung weniger zur Reduction, als für mancherlei technische Verwendungen und wird deshalb, nachdem sie von der gelben Glätte abgesiebt, meist in den Handel gegeben. Letztere dient wegen ihres cohärenten Zustandes besser zum Frischen (II. 250).

Soll auf Hüttenwerken die Glätte möglichst Handelswaare und nicht verfrischt werden, so begünstigt man die Entstehung der rothen Glätte dadurch, dass man die flüssige Glätte, aus möglichst reinem Werkblei dargestellt, in eiserne Cylinder, Kästen oder Töpfe *y'* (Taf. I. Fig. 25), welche zweckmässig auf Rädern ruhen, laufen und in grösseren Massen in frischem Luftzuge erstarren lässt. Da der Sauerstoff nicht seitwärts entweichen kann, sondern die ganze Masse nach oben hin durchdringen muss, so entstehen reichlich Spalten und somit viel rothe Glätte. Auch lässt man nach F. Wimmer die Glätte wohl in ein aus Mergel hergestelltes Basin *n'* (Taf. I. Fig. 29) unmittelbar vor der Glättegasse *n* fliessen. Man nimmt dann die Batzen, sobald sie 1000 Kil. und mehr schwer geworden, in noch teigigem Zustande heraus und lässt sie im Luftzuge erkalten (Vialas). Diese Methode gestattet auch ein Absetzen flüssigen Bleies aus der Glätte, sowie eine Vermeidung von die rothe Glätte verunreinigenden gelben Glättspritzern oder Polyedern. Da die eisernen Töpfe die Glätte an den Wandungen rasch abkühlen, also daselbst Glätte in Stücken geben, so kann man dem dadurch entgegen wirken, dass man die Töpfe vorher erwärmt und ihnen grössere Dimensionen gibt, wobei sich im Verhältnisse zur Glättemasse die Wandoberfläche vermindert. Man erhält auf den Oberharzer Hütten die meiste rothe Glätte, wenn man mehrere Glättebatzen zusammenlegt und sie einem frischen Luftzug aussetzt. Im Winter fällt mehr rothe Glätte, als im Sommer.

Will man umgekehrt den Fall von rother Glätte vermeiden und möglichst viel Material in Stücken für das

Frischen erhalten, so erzeugt man keine Batzen vor dem Glättloch, sondern reisst sie nach dem Austritt aus demselben in kleine Partien (Schalen, Schwarten), die mit Wasser übergossen werden (Tarnowitzer Reichblei), oder man lässt die Glätte auf eine geneigte Eisenplatte fliessen, damit sie rasch erstarrt und keine dickeren Batzen bildet. Muss Staubglätte auf Blei verarbeitet werden, so bindet man sie ein oder setzt sie beim Schlackenrösten der Erze zu (Vialas).

Die Glättebatzen werden gewöhnlich mit einem Hammer zerschlagen, zuweilen unter hölzernen Stempeln zerkleint (Poullaouen) und am besten in einem Cylindersieb gesiebt (Vialas, Pontgibaud), wobei gelbe Glättestücke und eingemengte Bleigranalien zurückbleiben. Soll gelbe Stückglätte für den Handel zubereitet werden, so bringt man sie, z. B. zu Pontgibaud[1]), auf vertikale Mühlen und lässt das Gemahlene durch ein mit Wasser gefülltes Labyrinth und durch Schlammsümpfe gehen. Das Rösche wird dann nochmals zur Ausscheidung der Bleigranalien verwaschen, das Feine langsam in Eisenkästen in einem langen Ofen getrocknet und die dabei erhärteten Massen dadurch in ein unfühlbares Pulver verwandelt, dass man sie zwischen Holzcylindern walzt, worauf ein Ventilator den Staub ansaugt und die weitere Separation in einer grossen Kammer stattfindet.

c) Letzte Glätte, reiche Glätte, gelbe Krätze, Vorschläge, in Sachsen Scheideglätte, Vorschlagglätte. Mit dem Abnehmen der Werke im Ofen steigt der Silbergehalt in der Glätte, so dass man das in der letzten Periode der Glättarbeit einige Stunden vor dem Blicken fallende Bleioxyd nicht in den Handel gibt oder verfrischt, sondern bei einer angemessenen Schmelzarbeit wieder mit in die Beschickung nimmt. Der Silbergehalt der Glätte rührt theils von vorhandenem Silberoxyd, theils und hauptsächlich von eingewickelten Werktheilchen her, welche letztere zuweilen, z. B. zu Pontgibaud, wenn die Glätte verfrischt werden soll, in oben angegebener Weise durch Mahlen und Schlämmen abgesondert werden. Der

Reiche Glätt

1) Rivot, description des gîtes metallifères etc. de Pontgibaud. Paris, 1851. S. 178.

Zeitpunct, von wo an die Glätte wegen grösseren Silberg haltes von der armen Glätte getrennt zu halten ist, hän hauptsächlich von der Geschicklichkeit des Arbeiters bei Leiten des Treibens, namentlich von der Windpressung geg das Ende ab. Bei gutem Ofengange erhält man nicht mel als 4—6 Ctr. reiche Glätte. Man rechnet wohl die Glätte von einem Gehalt von 0,01% (1 Pfdthl. im Ctr.) an z den reichen.

Bei einem Wismuthgehalt des Werkbleies oxydi sich das Wismuth meist erst gegen das Ende des Treibei und es entsteht eine grüne stark wismuthhaltige Glätte, at welcher nach PATERA's Verfahren (II. 822) das Wismuth m Vortheil dargestellt werden kann. Ueber den Einfluss d Wismuths beim Treiben war bereits (II. 823) die Rede.

Periode des Blickens.

7) Periode des Blickens. Durch die Oxydati des Bleies nimmt das flüssige Metall eine höhere Temperat an, als das Ofeninnere und dieselbe steigert sich bis z einem gewissen Grade mit dem Abnehmen des Herdinhalte weil sich die durch die Oxydation des Bleies erzeugte Hit einer kleinern Metallmasse mittheilt. In Folge dessen e scheint einige Zeit vor dem Ende des Treibens, währe sich reiche Glätte erzeugt, die Legirung heller, als der u gebende Herd, aber die Helligkeit nimmt dann ab, je g ringer das Verhältniss des Bleies zum Silber wird. Ka die Glätte die ganze Oberfläche des Silbers nicht mehr b decken, zeigen sich netzförmig zusammenhängende Glättauge blumen- und wolkenähnliche Zeichnungen (das Blumen d Silbers), zwischen denen das Silber mit hellerer Farbe durc schimmert, und verschwinden dieselben zuletzt, indem d Netz zerreisst und die Glättperlen bei der convexen Obe fläche des Silberkuchens nach dem Rande zu eilen, wob das Silber sich von gleichmässig heller Farbe zeigt, so sa man, das Silber hat geblickt und nennt die Erscheinu den Silberblick.[1])

Das Blicken findet bei keinem bestimmten Verhältni des Bleies zum Silber statt, sondern hängt von verschieden

1) Ueber die Erscheinungen beim Blicken: DINGL. Bd. 108. S. 2 — B. u. h. Ztg. 1847. S. 204. Bgwfd. X. 67.

Umständen ab, namentlich von der Temperatur, der Windpressung, die in dieser Periode zu vermindern ist, von der grössern oder geringern Tiefe des Herdes, ob man zuletzt mehr oder weniger Glätte ablässt etc. Es blickt bei niedriger Temperatur früher, als bei höherer, auf Mergelherden steht das Silber länger auf den Blick und wird deshalb feiner, als auf Aschenherden. Es empfiehlt sich meist, bei einem tieferen Herd einen etwas grösseren Brennmaterialverbrauch zu haben und dabei einen geringeren Silberverlust, als umgekehrt bei einem flacheren Herde. Je nachdem man den Blick beschleunigt oder verlangsamt, fällt das Blicksilber mehr oder weniger unrein aus. Dasselbe kann danach 3—6% und mehr fremde Bestandtheile, namentlich Blei enthalten.

Die Entstehung eines Farbenspiels, wie man es beim Abtreiben im Kleinen auf der Capelle wahrnimmt, zeigt sich im Treibofen nur undeutlich oder gar nicht. Dasselbe dürfte nach dem, was HAUSMANN[1]) über das Anlaufen der Mineralkörper beobachtet hat, wohl darin seinen Grund haben, dass der sich immer von Neuem bildende, höchst dünne Ueberzug von Bleioxyd auf dem Silber das Licht durchlässt, welches dann mit einer gewissen Farbe von der Oberfläche des letzteren zurückgeworfen wird. Die Art der Farbe ist von der Stärke des Ueberzuges abhängig und indem derselbe bei der convexen Oberfläche des geschmolzenen Metalles nach dem Rande zu allmälig stärker wird, treten auch verschiedene Farben in einer gewissen Reihenfolge hervor. Diese wiederholt sich so lange, als das am Rande des Metalles eingesogene oder davon abgeführte Bleioxyd auf der Oberfläche wieder ergänzt wird, was mit dem Feinwerden des Silbers aufhört. Das stete Rotiren des flüssigen Metalles (z. B. beim Abtreiben auf der Capelle) rührt daher, dass sich dasselbe oberflächlich abkühlt und die abgekühlte schwerere Schicht nach unten geht, um einer heisseren Platz zu machen.

Product Blicksilb

Das Product dieser Periode bildet das Blicksilber (I. 733), ein noch unreines, mehrere Procent Blei, Kupfer, Antimon etc. enthaltendes Silber, zur Verwendung in der

1) KARST., Arch. 2 R. XXII. 631.

Technik noch untauglich. Die weitere Reinigung durc[h] einen Oxydationsprozess geschieht seltener gleich auf de[m] Treibherde (Ungarn, Siebenbürgen), indem man be[i] fortgesetzter starker Feuerung das Silber in stark treibend[e] Bewegung bringt und den Windstrom gegen die Ränder de[s] flüssigen Silbers leitet, bis die gehörige Feine vorhanden is[t]. Diese Operation ist jedoch schwierig und kostspielig, inde[m] unter grösseren Silberverlusten der im Verhältniss zur Mass[e] des Silbers grosse Raum des Treibherdes zur Hervorbringun[g] des nöthigen Hitzgrades einen bedeutenden Aufwand an Brenn[-] material erfordert. Wird der strengflüssige Silberkuchen nic[ht] längere Zeit einer starken treibenden Bewegung ausgesetzt, s[o] bleiben auf der Unterfläche desselben leicht Bleitheile zurüc[k]. Deshalb treibt man gewöhnlich die Reinigung im Treibher[d] nur bis zum Blicken und entfernt dann die noch zurück[-] bleibenden Beimengungen (5—10%) durch das Fei[n-] brennen auf einem kleineren Herde, wo sich die Hitz[e] leichter zusammenhalten und der Prozess besser überseh[en] lässt, oder durch ein Tiegelschmelzen. In Müsen geschieht das Feinbrennen im Treibofen nach dem Blick[en] während ¾—1 Stunde bei abgestelltem Gebläse.

[Re]inigung des [B]licksilbers.

Nach dem Blicken wird das Gebläse abgehängt, d[as] Silber anfangs mit warmem, dann mit kaltem Wasser abg[e-] kühlt, mit einem langen Meissel (Silbermeissel) aus der Sp[ur] gehoben und aus dem Ofen geholt und mittelst eines Spit[z-] hammers von anhaftender Herdmasse gereinigt. Um schwe[re] Blicke (bis über 500 Pfd. schwer) leichter zerkleinern [zu] können, legt man vor dem Abkühlen mit Wasser Messer [in] dieselben.

[Ab]kühlen etc. [des B]licksilbers.

Nach in Pontgibaud[2]) gemachten Erfahrungen schlä[gt] der Silberkuchen beim Abkühlen mit Wasser noch Wurze[l] in den Herd, weshalb man denselben zweckmässig dur[ch] Windzuführung bei unterbrochener Feuerung und geöffnete[n] Thüren zur Abkühlung bringt. Geschieht die Abkühlung weder durch Wind, noch durch Wasser, so bläht sich das Silber am Rande auf und enthält daselbst gewöhnlich mehr Blei, als der übrige Kuchen.

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 92.
2) B. u. h. Ztg. 1851. S. 360.

Es ist in diesem Falle nicht räthlich, die Feine höher als 15 Loth im Treibofen zu bringen, weil bei fortgesetztem Treiben an verschiedenen Puncten des Herdes Blasen aufsteigen, welche Silbertheilchen in die Höhe reissen und Verluste erzeugen, sowie auch der Aufwand an Brennmaterial erhöht wird. Nur selten wird das Blicksilber ausgekellt (Kongsberg).

8) Das Ausbrechen des Herdes. Man lässt den mit Bleioxyd etc. imprägnirten Treibherd bei abgehobener Kuppel erkalten, untersucht ihn auf Silberwurzeln, Silberkörner oder Bruchsilber (Anbrüche), zerschlägt ihn mit Fäusteln, hebt ihn mit Keilhauen auf und wirft ihn aus dem Ofen. Er besteht aus den Substanzen, welche die Herdsohle bilden, gemengt mit Glätte und Abstrich. Die oberste Kruste von 2- 3" Stärke hat eine strahlige Textur und besitzt grosse Dichtigkeit und Härte. Die darunter liegende, wenig von Bleioxyd imprägnirte Schicht ist leicht zerreiblich, sandig und mager anzufühlen und kommt wieder unter dem Namen Herdmergel zum nächsten Treibherd.

Behandlung Treibherd

Der Herd hält immer mehr Silber zurück, als die ablaufende Glätte, namentlich nimmt er gegen das Ende der Operation mehr Silber auf. Bleioxydhaltiger Herd bildet sich immer nur am Rande des Metallbades, wo er mit Glätte in Berührung kommt, und wird um so dicker, je länger dieses dauert.

Er wird entweder zur Gewinnung seines Silber- und Bleigehaltes bei anderen Schmelzprozessen wieder mit zugesetzt (Bleierzschmelzen, Bleisteinschmelzen etc.) oder, namentlich bei einem nicht unbedeutenden Silbergehalt, unter Zusatz von Fluss befördernden Mitteln (Schlacken, Thonschiefer) für sich auf Werkblei verschmolzen, welches vertrieben oder beim Kupferfrischen oder sonstig verwendet wird (Bd. II. S. 271).

Die Dauer des Treibens variirt sehr je nach der Grösse des Einsatzes, der Reinheit der Werke (namentlich verlängert ein Antimongehalt das Treiben), je nachdem man nachsetzt oder nicht, mehr oder weniger Wind gibt, allerdings auf Kosten des Metallausbringens etc. Die Controle des Prozesses geschieht entweder durch Probiren des Werkbleies und Blick-

Dauer und Folge des Treibens.

silbers oder man lässt immer 2 Treiben mit denselben Werken neben einander gehen und gestattet eine gewisse Differenz hinsichtlich des Ausbringens. Auf den Oberharzer Hütten wird ein Silberausfall von 9 Neuloth schon geahndet. Man bringt gegen die Probe bei Anwendung von Holzfeuerung 2—3% Ag mehr aus (I. 108), weniger bei Steinkohlen. Cylindergebläse gestatten ein besseres Ausbringen, als Spitzbälge (S. 162).

Metallverluste beim Treiben.

Beim Treiben entstehen Verluste an Silber und Blei.

1) Ein Silberverlust (Bd. I. S. 89) entsteht

a) durch Verflüchtigung[1]), indem sich das Silber dampfförmig erhebt und im oxydirten Zustande als rother Rauch absetzt (Löthrohrverhalten);

b) dadurch, dass sich Silberoxyd bildet und dieses in Glätte und Herd geht, woraus dasselbe nur dann theilweise wieder gewonnen werden kann, wenn diese Producte in den Betrieb zurückgelangen. Dass das Silber als Oxyd in den Glätten enthalten ist, kann man dadurch nachweisen, dass es sich mit Ammoniak völlig ausziehen lässt.[2]) Da der Silbergehalt in der armen Glätte meist constant ist (etwa 0,001—0,004%), so ist in der Regel nicht anzunehmen, dass er von eingemengtem Werkblei herrührt.

Nach Fournet's[3]) Versuchen wird das Silber durch Bleioxyd oxydirt und verharrt in Berührung mit diesem in Oxydationszustande, während freies Silberoxyd sich schon bei gelindem Erhitzen zerlegt. Der Silberverlust wird durch zu heisses, zu kaltes oder zu schnelles Treiben vergrössert.

c) durch mechanische Einhüllung von Werkblei, namentlich in der letzten Periode.

2) Der Bleiverlust (Bd. I. S. 98) entsteht durch Verflüchtigung des Bleies[4]), und zwar entweder

a) unmittelbar, indem während des Treibens bei gleichzeitigem Vorhandensein einer hohen Temperatur und des Gebläsestroms Blei verdampft.

1) Lampad. in Erdm., J. f. ök. Ch. IV, 281.
2) Erdm., J. f. pr. Ch. XVI, 201.
3) Erdm., J. f. ök. Ch. I, 49, 80.
4) Fournet, Verdampfung des Bleies, seiner Legirungen und Verbindungen. Erdm., J. f. pr. Ch. II, 478.

Man hat früher mehrfach Versuche gemacht, den Treibrauch (Analysen Bd. I. S. 807) durch Condensirvorrichtungen zu verdichten, jedoch ohne einen befriedigenden Erfolg, so z. B. auf Clausthaler Hütte[1]), in Freiberg[2]).

In neuerer Zeit sind jedoch geräumige Condensationsvorrichtungen mehrfach mit Vortheil in Anwendung gekommen (Pontgibaud, Tarnowitz, Freiberg etc.). RIENECKER[3]) hat die aus dem Treibofen abgeleitete Flamme zum Brennen von Backsteinen, Ziegeln etc. verwandt, welche durch den Bleigehalt des Rauches gleichzeitig glasirt werden.

Der Bleiverlust (6—12%) wird durch zu heisses und zu langsames Treiben vermehrt und ist bei Anwendung von Steinkohlen höher, als bei Holz.

Der Silbergehalt des Rauches steigt mit dem des Werkbleies; BLUM fand denselben bei Anwendung von Spitzbälgen höher, als bei Cylindergebläsen (S. 162). Am zweckmässigsten wird der im Wesentlichen aus kohlensaurem Bleioxyd bestehende Rauch in einem Flammofen reducirt.

b) Mittelbar veranlasst die Treibarbeit dadurch einen Bleiverlust, dass Glätte und Herd meist wieder reducirt werden müssen. Hierbei sind Flugstaubkammern von grossem Nutzen.

§. 43. Beispiele für den deutschen Treibprozess.

I. Abtreiben ohne Nachsetzen.

Abtreiben ohne Nachsetzen mit Holz.

A. Mit Holz.

Oberharz.

1) Oberharzer Hütten.[4]) Zu Clausthaler Hütte dauert ein Treiben mit 168 Ctr. Werken (II. 141) in einem 10 F. weiten Treibofen (Bd. I. Taf. XI. Fig. 268—270) mit beweglicher Eisenhaube und Mergelherd etwa 32 Stunden, nämlich Herdmachen 3, Einfeuern $2^1/_2$—3, Weichfeuern 2, Abstrichbildung 2—4, Glättebildung bis zum Blick 22 St. Man erhält bei $6^1/_2$—7% Bleiverlust 26 Pfd. Blicksilber mit

1) LAMPAD., Hüttenkunde. II. Thl. 2. Bd. S. 235. — KERL, Oberharz. Hüttenproz. 1860. S. 465.
2) WINKLER, Freiberger Schmelzprozesse S. 141.
3) Bgwfd. XI, 617.
4) KERL, Oberharzer Hüttenprozesse. 1860.

93% Ag zum Feinbrennen unter der Muffel; 125 Ctr. arme Glätte mit 0,12 Quint (Pfdthl.) Ag und 90% Pb zum Verkauf und zum Frischen (II. 256), 16 Ctr. Vorschläge, erste und letzte Glätte mit 0,15 Qt. Ag und 90% Pb zu der Bleiarbeit, 15 Ctr. Abstrich mit 0,12 Qt. Ag und 80% Pb theils zum Abstrichfrischen (II. 267), theils zu den Bleiarbeiten; 34 Ctr. Herd mit 1,75 Qt. Ag und 57% Pb zu den Bleiarbeiten. Materialaufwand: 42 Himten à $1\frac{1}{4}$ Cbfss. Mergel und 12 Schock Waasen von 42 Z. Länge und 30 Z. Umfang, à St. 8—12 Pfd. schwer. Kosten eines Treibens 31 Thlr. 12 Sgr.

Zu Altenauer Hütte gehen neben ördinären Treiben mit 170—180 Zolletr. grossen Einsätzen Reichtreiben mit Pattinsonschen Werken (S. 140) in einem kleineren Treibofen von 9 Fss. Dehm. Einsätze von 100 Zolletr. Werkblei sind in 24—36 St. abgetrieben, wobei das Herdmachen 3, das Einschmelzen 3, die Abstrichperiode wegen des grösseren Antimongehaltes 7—9 St. und die Glätteperiode die übrige Zeit dauert. Man erhält 72—73 Pfd. Blicksilber, 36—37 Ctr. arme Glätte, 5—6 Ctr. Hartbleiabstrich, 11 bis 12 Ctr. ersten und letzten Abstrich, 33—34 Ctr. Vorschläge und 22—23 Ctr. Herd bei einem Verbrauche von $9\frac{1}{2}$ Schock Waasen, 19 Himten Mergel und 4 Himten Thonschiefer. Bleiverlust 6,97%.

Zu Lautenthaler Hütte gibt man Einsätze von 170 Ctr. Werkblei in einen Treibofen mit festgemauerter Haube.

Unterharzer Verfahren.

2) Auf den Unterharzer[1]) Hütten geschieht das Abtreiben in Oefen mit unbeweglicher, gemauerter Haube (Taf. II. Fig. 32, 33) bei einem Einsatz von 180 Ctr. sehr unreiner Werkbleie (Bd. II. S. 183). Von einem Treiben erfolgen in 28—34 Stunden mit $7\frac{1}{2}$—$8\frac{1}{2}$ Schock Waasen und 24 Himten Mergel durchschnittlich: 37,71 Mrk. Blicksilber mit bis 15 Lth. 6—8 Grän Feinsilber, wird unter der Muffel feingebrannt; 1,44 Ctr. Kaufglätte und 120,35 Ctr. Frischglätte mit 86—90% Blei und $\frac{1}{16}$—$\frac{1}{8}$ Lth. Silber; erstere geht in den Handel, letztere wird verfrischt (Bd. II. S. 257) oder an die Kupferarbeiten als Entsilberungszuschlag abge-

1) Kerl, die Rammelsberger Hüttenprozesse 1861.

geben (S. 115); 6,03 Ctr. Abstrich mit 74—90% Antimonblei und 1/8—3/8 Lth. Silber, welcher auf Hartblei (Bd. II. S. 268) verschmolzen wird; 36,91 Ctr. Abzug mit 74—88% Blei und 1 1/2—3 1/2 Lth. Silber, derselbe wird noch weiter auf Silber, Blei und Kupfer benutzt (Bd. II. S. 269); 28,11 Ctr. Herd mit 65-85 Pfd. Blei und 1/8—1/4 Lth. Silber, kommt zum Bleierzschmelzen oder zum Kupferfrischen. Der Bleiverlust beim Treiben und Frischen beträgt 13%.

Victor-friedrichshütte.

3) Zur Victorfriedrichshütte am Harz hat der 7 Fss. 1 1/2 Z. im Herd weite Ofen eine cylindrische Kranzmauer mit einer beweglichen Haube, deren Eisengerippe mit feuerfesten Steinen ausgefüllt ist. Der Rost liegt 4 Z. tiefer, als das Schürloch, damit die Flamme aus diesem nicht herausschlägt; statt des Blechloches sind 4 in eine mit Schieber versehene niedrige Esse mündende Züge vorhanden, durch welche Einrichtung der Bleiverlust und Brennmaterialverbrauch verringert werden soll.

Der Treibherd wird aus einem Gemenge von 1,7 Scheffel Seifensiederasche, 2 1/2 Sch. Mergel, 3/4—1 Sch. Thon und 8 1/2 Sch. alter Herdmasse sehr tief geschlagen, was eine längere Dauer des Prozesses und grösseren Brennmaterialaufwand veranlasst.

Die Blätter bedecken die Kannenlöcher kaum zur Hälfte; im Anfang des Treibens setzt das Gebläse bei beiden Kannen ab, dann lässt man, wenn ein Theil Glätte abgezapft ist, die nach der Blechseite zu liegende Kanne stetig blasen und die andere absetzen; kurz vor dem Blick setzen beide Kannen wieder ab, welche Modulationen durch eine besondere Verbindung der Cylinder mit den Windleitungröhren hervorgebracht werden. Das Glättloch wird während der Arbeit mit Steinen zugelegt, was zwar das Entweichen von Bleidämpfen vermindert, aber leicht einen unreinen Gang veranlasst. Es dürfen sich nach dem Einschmelzen höchstens 2 Ctr. Abzug (grober Abstrich) bilden, weil sonst die Werke durch Nachlässigkeit des Schmelzers zu unrein ausgekellt sind. Von 100 Zollctr. Einsatzwerken (II. 148) erfolgen in 29—30 Stunden mit 10 Schock à 4,2 Ctr. Hecke, je nachdem man Erz- oder Steinwerke vertreibt, 14,3—17,3 Pfd. Blicksilber mit 15 Lth. Feine, 2 Ctr. grober Abstrich, 5—7 Ctr.

schwarzer und gelber Abstrich zum Hartbleifrischen, ersterer theilweise nach vorherigem Saigern, 1 Ctr. schwarze Glätte, 86—87 Ctr. ord. Glätte, 4—5 Ctr. Spurherd, 8—9 Ctr. Randherd, 1 Ctr. bleiische Asche und 7—10 Pfd. Bleischnüre, aus der Glätte ausgelesen. Sämmtliche gute Glätte wird verkauft, die übrigen bleiischen Producte, ohne Abstrich, gehen ins Schmelzen zurück; ein Glättfrischen findet nicht statt. Bleiverlust 5,5%.

Przibram. 4) Zu Przibram[1]) werden 120 Ctr. Werke mit 16 bis 42 Lth. Ag in drei Treiböfen mit ovalem Herd von resp. 9½ und 7 Fss. Länge und beweglicher Eisenhaube in 33—36 Stunden bei 2 Düsen mit 1⅝ Z. Durchm. und 7 bis 9 Lin. Windpressung abgetrieben. Der Herd besteht aus einem Gemenge von 200 Pfd. feingepochtem Kalkstein und 50 weissem Lehm.

100 Ctr. Werke mit 20 Lth. — Qt. 1 Den. Ag geben bei 189,9 Cbfss. Holzverbrauch 5,4 Ctr Abstrich, mit reicher Glätte und Herd beim Erzschmelzen vorgeschlagen, 8,26 Ctr. schwarze Glätte mit 25% Antimonoxyd zur Hartbleifabrikation, 75,28 Ctr. Verkaufglätte, 4,77 Ctr. reiche Glätte, 15,58 Ctr. Herd und 122 Mrk. 5 Lth. 3 Qt. Blicksilber.

Ems. 5) Emser Hütte. Der Treibherd von 12 Fss. Durchmesser mit 2 Formen wird aus 3 Thl. Kalk und 1 Thl. Lehm geschlagen, auf einmal mit 350 Ctr. Werken (II. 231, 833) mit 108 Grm. Ag. in 100 Kil. besetzt und dieses Quantum incl. 12 Stunden Abwärmen in 52—60 Stunden vertrieben. Nach dem Einschmelzen wird der Abzug entfernt, bei angelassenem Gebläse etwa 3 Stunden Abstrich geholt, dann 1 Stunde lang das Gebläse abgestellt und, ohne einen Glättestand zu beobachten, die Glätte periodisch abgelassen, wenn das Metall damit bedeckt ist. Von 100 Ctr. Werken erfolgen bei 3,40% Blei- und 2,24% Silberverlust 88,36 Ctr. Glätte (darunter 29,12% rothe Primaglätte) mit 81,99% Pb, 6,59 Ctr. Abstrich mit 58,9% Pb und 13,41 Ctr. Herd. Zu 1 Treiben gehen circa 800 Stück Waasen. Die Bleiverluste pro 100 Ctr. Werkblei betragen:

1) Oesterr. Ztschr. 1856. S. 343.

beim	Treiben	3,40%
„	Abstrichsaigern	0,10 „
„	Abstrichkrätzfrischen	0,45 „
„	Glättfrischen	1,49 „
„	Krätzfrischen	0,12 „
		5,56%

Da nun von 100 Ctr. Werken 3,65 Ctr. Abstrichblei und 3,46 Ctr. Krätzblei, zusammen 7,11 Ctr. erfolgen, welche beim Treiben wieder 5,56% Verlust erleiden, so beträgt der summarische Verlust 5,95%.

Die Glätte wird theilweise im Flammofen gefrischt (II. 254, 836), der Abstrich auf Hartblei benutzt (II. 271, 837) und das Blicksilber feingebrannt.

6) Zu Pontgibaud[1]) geschieht das Abtreiben in Oefen von 3 Meter Herddurchm. mit 3 aufs Glättloch zu gerichteten Formen (Taf. I. Fig. 26, 27).

Pontgibaud.

Das Herdmaterial besteht aus einem Gemenge von 5 Mergelkalk, 1 gelöschtem Kalk und 1 Thon. Das Schlagen und Besetzen des Herdes mit 9000 Kilogr. Werkblei (Bd. II, S. 216) dauert etwa 8 Stunden, das Schmelzen der Werke 10 Stunden, die Bildung des Abzugs, des Abstrichs und der unreinen Glätte 10 Stunden, die Glättebildung 24 Stunden, die Zwischenzeit bis zum Blicken 2 Stunden, das Abkühlen des Silberkuchens 3 Stunden, das Abkühlen des Ofens 24 Stunden und das Ausbrechen des alten Herdes 24 Stunden, zusammen 84 Stunden; das Gebläse ist 49 Stunden in Wirksamkeit. In der Glätteperiode führt man etwa 12 Cubikmeter Luft zu, welche man gegen das Ende des Prozesses auf 9—10 Cubikmeter vermindert. Die Glätte lässt man in gusseiserne Töpfe fliessen, welche 180 bis 200 Kilogr. davon fassen.

Bei einem Bleiverlust von 6,25% erhält man von 1000 Kilogr. Werken:

1) 3,8—4,1 Kilogr. Blicksilber mit $^{900}/_{1000}$ — $^{920}/_{1000}$ Silber, welches bis 1849 feingebrannt, seitdem aber durch Umschmelzen mit passenden Zuschlägen in Tiegeln gereinigt wird (§. 61).

---

1) B. u. h. Ztg. 1861. S. 345, 375.

2) 320—325 Kilogr. **Abstrich, Herd** und **Abzug** mit durchschnittlich 60% Blei, welche zu den Schmelzarbeiten kommen.

3) 765—775 Kilogr. **Glätte** mit 92% Blei in Gestalt der Töpfe.

Beim Zerschlagen der Stücke entsteht rothe und gelbe Glätte. Aus ersterer werden mittelst eines Siebapparates in Folge des beschleunigten Prozesses eingemengte Werkbleikörner abgeschieden, die gelbe Glätte aber gemahlen und geschlämmt, wobei sich ebenfalls Bleikörner absetzen (S. 177). Die Kaufglätte enthält 5—6 Grm. Silber pro 100 Kilogr., die ausgeschiedenen Körner 2—3% Silber. Die unreine und zufällig verunreinigte Glätte wird im Flammofen auf Blei verfrischt. Auf 9000 Kilogr. Werke verbrennt man 750 Bündel Reissholz.

Poullaouen. Ein ähnlicher Prozess wird zu **Poullaouen**[1]) ausgeführt.

Kongsberg. 7) **Kongsberg.**[2]) Ein Einsatz von 60—70 Ctr. Werkblei (S. 80) mit circa 15% Ag wird in Oefen mit 6 Fss. weitem Herde, aus 4 Kalkstein und 1 Lehm geschlagen, bei bis zu 200° C. erhitztem Winde (S. 156) und mundförmiger Kannenöffnung (S. 162) während $5^3/_4$—7 Stunden bei 0,10 - 0,21 Pfd. Bleiverlust pro Mark Feinsilber abgetrieben. Der heisse Wind gestattet nicht nur eine bedeutende Zeit- und Brennmaterialersparung, sondern auch das leichte Abtreiben strengflüssigerer Werke mit 10—12% Cu. In jeder Stunde werden 1005 Pfd. Blei oxydirt. Das Blicksilber wird mittelst eines Löffels ausgeschöpft, dessen Stiel auf einem kleinen, auf Eisenschienen gehenden Wagen ruht und somit leicht zu regieren ist; die Formen stehen auf einem eisernen Gerüste nahe unter dem Glättloche. Sobald eine gefüllt ist, lässt man sie auf einer geneigten Ebene hinab und ersetzt sie durch eine neue. Nur den letzten Rest von Silber lässt man im Ofen erkalten.

1) Rivot, traité de métallurgie. 1860. II, 644. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 350.

2) B. u. h. Ztg. 1855. S. 106, 117; 1862. S. 437. — Handschriftliche Mittheilungen vom Bergingenieur Stalsberg in Kongsberg.

Abtr. ohne Nachsetzen mit Steinkohlen. Tarnowitz.

B. Mit Steinkohlen.

1) Tarnowitz. Während man früher die armen Werkbleie mit 0,0986% Ag vom Schachtofenbetrieb (II. 151) durch Concentriren (S. 153) auf 1% anreicherte und die Reichwerke abtrieb, so werden seit Einführung des Pattinson'schen Prozesses (II. 260; IV. 143) die dabei erfolgenden Reichbleie direct abgetrieben und nur noch die silberarmen, antimonhaltigeren Abstrich- oder Reductionsschlackenwerke (II. 260), sowie die früher als Handelsbleie abgegebenen Herdfrischschlackenwerke (II. 272) einem Concentrationstreiben unterworfen, um sie von ihrem Antimongehalt zu befreien und dann dem Pattinsoniren übergeben zu können, sowie auch die absetzbare Menge Handelsglätte zu erzeugen.

Die beiden Treiböfen (Taf. II. Fig. 30, 31) stehen am Blechloche einestheils mit den Rauchcondensationskammern der Schachtöfen und dann mit einer besonderen Esse in Verbindung. Letztere soll zur Vermehrung des Zuges dienen, wenn etwa eine Stockung desselben in den Rauchcondensatoren eingetreten, ferner die Verbrennungsproducte beim Anwärmen des Ofens und Einschmelzen der Werke vor Anlassung des Gebläses abführen. Auch steht ein Schirm über dem Glättloche mittelst eines gusseisernen 12 Z. weiten Rohres mit den sehr wirksamen Condensationskammern in Verbindung. Eine Düse von $1^3/_4$ Z. lichtem Durchmesser führt Wind zu.

Der Herd wird aus einem Gemenge von 2—$2^1/_2$ Thln. Mergelkalk und $^1/_2$ Thl. gepochtem feuerfesten Thon geschlagen und beim Reichtreiben in der Mitte etwas mehr vertieft, als beim Armtreiben, zur besseren Concentration des Blickes, welcher dann weniger Wurzeln schlägt. Durch Erhöhung des Thonzusatzes hat man den Bleiabgang beim Treiben und Frischen auf 3,8% i. J. 1858 heruntergebracht.[1])

Beim Reichtreiben setzt man 120 – 150, durchschn. 125 Ctr. Werke mit 1,352% Ag ein und treibt sie innerhalb 24—28 Stunden mit durchschn. 7,5 Tonnen Steinkohlen ab. Nach dem Einschmelzen nimmt man Abzug, lässt dann

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 38.

das Gebläse schwach und hieraut allmälig bis zur normalen Stärke von 150 Cbfss. Luft pro Min. an. Weil die Glätte wegen eines Eisengehaltes grün ist (S. 174), so lässt sie sich im Handel nur schwierig verwerthen und schlägt man sie deshalb bei den Abgängeschmelzen (II. 262), namentlich bei der Steinarbeit zu. Damit sie nicht in Pulverform erfolgt, bildet man keine Batzen, sondern reisst sie in Schwarten die mit kaltem Wasser begossen werden (S. 177). Der Silbergehalt dieser Glätte ist nicht höher, als der der gewöhnlichen Kaufglätte.

Den Blick lässt man zur Erzielung einer Feine von etwa 93,75% vollständig ausblumen und kühlt ihn erst nach völligem Blicken mit Wasser ab, wobei Silberverlust und Brennmaterialaufwand geringer ausfallen, als wenn man demnächst bei ärmerem Blicksilber das Feinbrennen verlängert.

Beim Reichtreiben besteht die Belegschaft aus 3 Treibern mit à 1 Thlr. Lohn, 3 Schürknechten à 25 Sgr. und $1\frac{1}{2}$ Gehülfen à 20 Sgr., welche 3 achtstündige Schichten arbeiten 100 Ctr. Reichwerke zu vertreiben kosten an Arbeitslöhnen 5 Thlr. 6 gr., an Brennmaterial 2 Thlr. 24 gr., an Herdmaterial 1 Thlr. 5 gr. 9 Pf. und es erfolgen davon 21 Ctr Abstrich, Herd und Bleiasche, 90 Ctr. Glätte und 128 Pfd Blicksilber. Die Fabrikationskosten pro Pfd. Blicksilber stellen sich auf 2 Sgr. 2 Pf.

Bleiischer Herd, reiche Glätte, Bleiasche und Test werden mit 4% Zuschlagseisen und 18 Ctr. Eisenfrischschlacken dem Herdfrischen (II. 272) unterworfen, wobei Werke zum Pattinsoniren und Herdfrischschlacken erfolgen, welche mit 5% armem Bleistein und 8% Eisenfrischschlacken Werkblei geben, welches zum Concentrationstreiben und dann zum Pattinsoniren kommt.

Vialas. 2) Vialas.[1]) Der Treibofen (Taf. I. Fig. 28, 29) enthält folgende Theile: *a* Fundament mit Abzügen. *b* Schlackenherd. *c* Steinherd. *d* Treibherd aus gleichen Theilen frischer und alten Mergels. *e* gemauerte Haube in einem eisernen Ring, an welchem dieselbe an 8 Ketten mittelst eines Ha

1) Rivot, traité de métallurgie. 1860. II, 581, 599; Taf. III. Fig. 10. 1 — Rivot, mémoire sur les filons de galène argentifère de Viala Ann. d. min. Tom. IV. 1863. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 380.

pels oberhalb des Ofens gehoben wird. *f* Fuchs. *g* Schornstein, in Condensationskammern mündend. *h* Oeffnung, durch deren Oeffnen oder Schliessen man den Zug stimmt. *i* Glättloch. *k* Bassin in dem Glättloch zur Aufnahme der Glätte (S. 176). *l* Oeffnung zum Einsetzen des Werkbleies, während der Arbeit durch eine Mauer geschlossen. *m* Schürloch. *n* Feuerbrücke. *o* Flammloch. *p* Rost. *q* Kanne.

Man gibt Einsätze von 10 — 15 Tonnen Werkblei mit etwa 450 Gramm Ag in 100 Kil., welche bei 10 Ton. etwa 66, bei 15 Ton. à 1000 Kil. 70—72 Stunden Zeit erfordern. 10 Tonnen Werkblei geben: 46,50 Kil. Blicksilber mit 980 Tausendtheilen Ag, 2,70 Ton. rothe und 5,12 Ton. gelbe Glätte mit 93% Pb und 5 Grm. Ag in 100 Kil., 0,24 Ton. unreine Glätte mit resp. 90 und 5, 0,35 Ton. reiche Glätte mit resp. 93 und 15, 0,80 Ton. Abstrich mit resp. 60 und 3, und 1,20 Ton. Herd mit resp. 50% Pb und 10 Grm. Ag. Auf 100 Werkblei gehen 19—20 Steinkohle und auf 1 Tonne Werkblei abzutreiben kommen 28 Frs. 407 Kosten.

Abtreiben mit Nachsetzen bei Holzfeuerung.

II. Abtreiben mit Nachsetzen (S. 152).

A. Mit Holz.

Freiberg.

1) Freiberger Hütten.[1]) Der mit einem Chamotteherd (S. 166) und darauf mit einem Mergelherd versehene Treibofen, mit den Rauch von dem Glätt- und Blechloche in Condensationskanäle führenden Blechmänteln versehen, wird mit 100—130 Ctr. Werken (II. 197) besetzt, diese mit Holz und Spänen bedeckt und bei angelassenem Gebläse eingeschmolzen. Wegen Reinheit der raffinirten Werke entsteht nur wenig Abzug und gar kein Abstrich. Sobald Glättebildung eintritt, zieht man den oberflächlich gebildeten Bleidreck mit Kohlen und Holzasche vermengt ab und beginnt, sobald 2—3 eiserne Kästen à 14—15 Ctr. Inhalt voll Glätte abgelaufen sind, mit dem Nachsetzen auf die S. 167 angegebene Weise, bis allmälig 320—350 Ctr. Werke vertrieben sind. Man bläst aus einem Cylindergebläse mit 2 Formen ohne Blätter.

1) PLATTNER-RICHTER's Vorlesungen über allgem. Hüttenkde. I, 207; II, 256. — Handschriftliche Mittheilungen des Hütteningenieurs STETEFELDT.

$^1/_6$ — $^1/_3$ der erfolgenden Glätte (320—330 Ctr.) geht a. rothe Glätte mit 0,5—07 Pfdthl. Ag im Ctr. in den Hande. Ein Treiben dauert 75—80 Stunden und erfordert 1,5 - 1,6 Klftr. à 108 Cbfss. Holz. Die 400—600 Pfd. schwe ren Blicke, durch ein eingelegtes Messer vor dem Ablösche leichter zu zerkleinern, werden im Flammofen raffinir die Frischglätte mit 1 Pfdthl. Ag wird verfrischt und da dabei erfolgende Blei pattinsonirt; der Herd (38—40 Ctr. mit 60 Pfd. Pb und $2^1/_2$ Pfdthl. Ag im Centner geht nebs den erfolgenden 4—6 Ctr. Abzug in die Bleiarbeit zurück

Es kommen Werke mit verschiedenen Gehalten zum Vertreiben, z. B. Pattinson'sches Reichblei mit 60—150 Pfdthln., unraffinirtes Werkblei mit 70 Pfdthln., raffinirtes mit 100 Pfdthln., u. dgl. Der Bleiverlust beim Vertreiben der currenten Werke beträgt 10—12%, bei Pattinson'schen Reichbleien 9,6—10,5%.

Zur Muldner Hütte waren beim Vertreiben und Raffiniren von 322 Ctr. currentem Werkblei mit 77,24 Pfdthln. Ag im Ctr. auf 100 Ctr. erforderlich: 1,053 Klftr. Holz, 0,887 Ctr. Schieferkohle, 0,022 Korb Holzkohlen und 0,133 Klftr. Späne; auf 100 Ctr. Werkblei wurden ausgebracht: 3,527 Ctr. Abzug, 2,807 Ctr. Verkaufsglätte, 88,708 Ctr. Frischglätte, 10,337 Ctr. Herd und 0,088 Ctr. Abstrich.

Vom vorgelaufenen Silber wurden ausgebracht im Brandsilber 98,152%, in Producten 2,026% und im Bleirauch 0,011%. Auf 100 Ctr. Werkblei kostete das Brennmaterial 5 Thlr. 27,171 Sgr., die Arbeitslöhne 4 Thlr. 16,020 Sgr.

Auf 100 Ctr. Reichblei mit 150 Pfdthln. Ag waren beim Abtreiben erforderlich 1,29 Klftr. Holz, 0,25 Klftr. Späne und 0,17 Ctr. Steinkohle.

Kremnitz. 2) Kremnitz. Die Treibherde, von natürlichem oder künstlichem Mergel geschlagen, haben 10—12 Fss. Dchm. und werden mit 120 Ctr. Reichwerken (S. 83) besetzt worauf man noch 80—100 Ctr. nachträgt. Es wird nach Erforderniss entweder auf Verkaufs- oder Manipulations glätte oder mit Hülfe des sibirischen Bleiherdes (Glättre ductionskasten II. 265) auf Frischblei getrieben. Bei 6—8% Bleiverlust und $^1/_2$—1% Abgang an güldischem Silber daue ein Treiben 48—54 Stunden und man braucht auf 100 Ct Reichblei $2^1/_4$—$2^3/_4$ Klftr. 4 Fss. langes weiches Brennhol

Das Blicksilber hält 0,996 Mzpfd. Ag und wird an die Kremnitzer Münze abgegeben; rothe und grüne Glätte kommen zum Verkauf; armes Glättreductionsblei mit 0,0005 bis 0,002 Mzpfd. Ag wird auf Verkaufsblei abgesaigert; Spurherd, ordinärer Herd, Abstrich und Tiegelabzug kommen zur Reichverbleiung (S. 82).

Altaihütten. 3) Altaische Hütten.[1]) 300 Pud Werkblei mit 12—18 Solotnik Ag im Pud (II. 239) werden auf dem 7 Fss. weiten Mergelherd entabstricht, dann so viel Blei nachgesetzt, dass auf 1 Treiben 500—700 Pud Blei kommen. Dasselbe dauert 2—3 Tage bei 10—12% Bleiverlust und erfordert 2½ Cubikfaden Holz. Es erfolgen 2—3 Pud goldhaltiges Blicksilber mit 90% Ag und 3—3¼% Au, zur Goldscheidung; Abzug und Abstrich mit ½—3 Sol. Ag, zur Bleiarbeit (S. 78); Glätte mit ½ Sol. Ag. dient entweder zur Rohsteinentsilberung (S. 78) oder wird im Sibirischen Ofen (II. 264) verfrischt; Herd mit 22 Pfd. Pb und 2 Sol. Ag, zum Silbererzschmelzen.

B. Mit Steinkohlen.

Lohe. 1) Lohe[2]) im Siegen'schen. Durch Anwendung von Steinkohlen hat man gegen die anderen Müsener Hütten an Holz wesentlich gespart (S. 155). Der Treibofen hat in der Kuppel eine 3 Fss. weite Oeffnung erhalten, die während des Betriebes geschlossen ist. Die Ringmauer von nur 1 Z. Stärke ist mit einem Mantel von 1 Z. starken schmiedeeisernen Platten umgeben. In den letzten 24 Stunden feuert man mit Holz. Während auf 1 Treiben von 600 Ctr. 12 Klftr. Holz gingen, so braucht man jetzt 50 Ton. Steinkohlen und 1 Klftr. Holz und spart 15 Thlr.

Holzappel. 2) Holzappel.[3]) Der deutsche Treibofen mit fester Haube hat bei 10 Fss. Durchmesser einen aus 1 Thon und 2 Kalkstein zusammengesetzten Herd, dem noch ⅓ alter Herd beigemengt wird. Zu einem Herd gehen etwa 4 Cubikmeter von diesem Material und es fasst derselbe 200 Ctr.

---

1) B. u. h. Ztg. 1853. S. 179. Privatmittheilungen.
2) Preuss. Ztschr. 1862. X, 222. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 91
3) Handschriftliche Mittheilungen des Hütteningenieurs STETEFELDT.

Werkblei (Bd. II. S. 830). Man setzt anfangs 100 Ctr. ein und, wärmt bei schwachem Feuer 42 Stunden lang ab, wodurch man den Herddrang vermeidet und dem Herde mehr Festigkeit gibt. Hierauf setzt man den Herd voll, feuert stark bis zum Einschmelzen und lässt den Wind durch beide mit Blättern versehene Düsen zuströmen. Nachdem der Abstrich mit einem Holze abgezogen und die Glättebildung beginnt, wird mit Nachsetzen von Werken fortgefahren, bis etwa 700 Ctr. davon in den Ofen gekommen sind. Das Treiben dauert 10—11 Tage.

Man beobachtet keinen Glättestand, sondern lässt die Glätte periodisch ablaufen, sobald das ganze Bad damit bedeckt ist. Hierbei wird die Feuerung so regulirt, dass man möglichst kühl treibt und nur beim Aufmachen der Gasse und vorher stark feuert, um die Glätte recht flüssig zu machen. Bei diesem Verfahren soll der Blei- und Silberverlust geringer ausfallen. Beim Ablassen der Glätte werden abwechselnd 2 Gassen aufgemacht.

Man erhält an Producten: Blicksilber mit 79,1% Ag; reine Glätte mit 90,3 Pb und 0,004 Ag; unreine Glätte vor dem Blicken mit 88,8 Pb und 0,33 Ag, welche bei der Reduction Armwerke gibt; Flugstaub mit 50,4 Pb und 0,001 Ag) und Abstrich (mit 70,6 Pb und 0,012 Ag) gehen zur Hartbleifabrikation; Herdklein, mit Herdmasse vermengte Glättetheile, welche beim Aufmachen der Glättegasse fallen; Herd, 15 Centim. stark. Der Bleiverlust beträgt 3,29%, der Silberverlust 4,09%.

Der Materialverbrauch auf 100 Pfd. Werke beträgt [illegible],28 Pfd. Saarkohlen, 2,2[illegible] Pfd. Ruhrkohlen, 2,63 Stück Wellen, 7,79 Pfd. Kalkstein, 0,013 Malter Thon und von 100 Pfd. Werken resultiren: [illegible] Pfd. Blicksilber, 0,94 Pfd. Abstrich, 0,19 Pfd. Flugstaub, 92,69 Pfd. Frischglätte, 5,36 Pfd. Kaufglätte, 0,8[illegible] Pfd. unreine Glätte, 11,37 Pfd. grober Herd und 1,51 Pfd. feiner Herd.

Die Kosten der Treibarbeit sind folgende:

	auf 100 Pfd. Blei	auf 100 Pfd. Glätte
[illegible]	[illegible] Guld.	0,106 Guld.
[illegible]	[illegible] –	0,305 –
[illegible]	[illegible] Guld.	0,411

	auf 100 Pfd. Blei.	auf 100 Pfd. Glätte.
Uebertrag	0,380 Guld.	0,411 Guld.
Thon und Kalk	0,045 „	0,049 „
Gezäh	0,003 „	0,004 „
Gebläse und Sonst.	0,117 „	0,128 „
Reparaturen	0,015 „	0,016 „
Summe	0,560 Guld.	0,608 Guld.

Früher wurden die Werke vor dem Abtreiben im Kärnthner Flammofen gesaigert; die Reinigung erfolgte dadurch aber nur unvollkommen. 100 Pfd. Werkblei zu saigern, kostete 0,165 Gulden.

Das Blicksilber wird im Flammofen feingebrannt, und zwar erhält man von 100 Pfd. Blicksilber mit 810 Pfd. Saarkohlen 96,619 Pfd. Feinsilber; die Glätte wird im Flammofen (II. 253, 835) und der Abstrich im Schachtofen gefrischt (II. 838).

III. Abtreiben mit Concentration der Werke.

Tarnowitz.

1) Zu Tarnowitz schmilzt man 165 Ctr. Reductionsschlackenwerkblei (S. 144) mit 0,015% Ag und Spuren von Antimon ein, lässt, ohne Abzug zu nehmen, das Gebläse zur Entfernung des Antimons schwach an und zieht die entstandene schwarze Glätte nebst Abzug mit 79,33% Pb, 0,0134% Ag und einem variablen Antimongehalt ab.

Sobald reine Glätte kommt, steigert man die Windmenge allmälig bis etwa 150 Cbfss. pro Min., bildet Glättebatzen und sondert demnächst rothe und gelbe Glätte für den Handel.

Nachdem der Silbergehalt auf das etwa 13fache, durchschnittlich 0,2% angereichert, lässt man die Reichwerke durch einen Stich unterhalb des Glättloches in einen Gestübbeherd ab und unterwirft sie alsdann dem Pattinsoniren. 100 Ctr. Werke geben mit 5,7 Ton. Stückkohlen 8,07 Ctr. [illegible] Glätte und Abstrich zur Hartbleifabrikation, [illegible]lätte, 20,70 Ctr. Herd und Bleiasche und 12 Ctr. [illegible]e bei 7 Thlr. 23 gr. 4 Pf. Kosten. Die [illegible]e belaufen sich auf 2 Sgr. 10 Pf.

Die Herdfrischschlackenwerke (II, 272) werde: ähnlich behandelt, nur wird vor Anlassung des Gebläse Abzug genommen und dann nach allmäliger Windzuführun bald reine Glätte gewonnen. Man concentrirt die Werk bis zu etwa 0,2% Ag. Der Abzug wird der Reductio: im Flammofen unterworfen, Herd und Bleiasche dem Herd frischen übergeben.

B. Englischer Treibprozess.

Wesen des Prozesses.

§. 44. Allgemeines. Nach der englischen Methode geschieht das Abtreiben in einem kleineren, mit Steinkohlen geheizten Treibofen mit beweglichem, ausserhalb des Ofens geschlagenem Herde und flachem unbeweglichen Gewölbe (Bd. I. Taf. XI. Fig. 273, 274; Bd. IV. Taf. II. Fig. 34–38) unter fortwährendem Nachsetzen von festem oder flüssigem Blei. Man unterwirft dieser Methode hauptsächlich silberärmere reine Werkbleie, welche unter Darstellung hinreichend reiner und silberarmer Handelsglätte meist bis etwa zu 7—8% Silbergehalt und selbst bis zur Hälfte Silber concentrirt, dann abgelassen und später einem Haupttreiben unterworfen werden. Die dabei fallende reichere Glätte kommt zum Verfrischen und das erfolgende Blei zum Pattinsoniren. Seitdem letzterer Prozess eine allgemeinere Anwendung gefunden hat, zieht man es meist vor, die ursprünglichen reinen silberarmen Werke zu pattinsoniren, das Reichblei direct oder nach vorherigem Concentrationstreiben (Stolberg) im englischen Ofen abzutreiben, die erfolgende Glätte zu frischen und das Frischblei abermals zu pattinsoniren.

[V]ergleichung [de]s deutschen [un]d englischen Prozesses.

Der englische Treibprozess gewährt nach Vorstehendem alle Vortheile, welche das Nachsetzen (S. 153) und Concentriren (S. 153) der Werke beim deutschen Prozess darbietet, verlangt aber reine Werke, weil sonst unreine Glätten und daraus unreine Bleie erfolgen, die dann vor dem Pattinsoniren oder dem Abgeben in den Handel nochmals raffinirt werden müssen. Dagegen arbeiten die englischen Oefen zuweilen langsamer, als die deutschen, z. B. die Oberharzer. Während man z. B. auf einem englischen Herd in 5 Tagen etwa 10 Tonnen = 200 Ctr. Werkblei mit 10—12 Ctr. Kohlen per Tag abtrieb, so verarbeitet man zur Altenauer Hütte

auf dem Oberharze 100 Ctr. Reichwerke in 25–27 Stunden bei sehr vorsichtiger Führung der Arbeit und einem Aufwand von 8—9 Schock Waasen.

§. 45. Treibofen und Treibgezäh.

Treibofen

1) Der Treibofen (Taf. II. Fig. 34—38) hat nachstehende Einrichtung: *a* Rost. *b* Schürloch. *c* Feuerbrücke. *d* Test, auf den Steinen *e* und den Eisenbalken *f*, zuweilen auch auf einem Wagen ruhend; ein im Mauerwerk befestigter Ring nimmt den Test auf. *g* Fuchs, nach unten in einen mit der Esse communicirenden Canal *i* führend und durch eine Zunge *h* getrennt. *k* Bleikessel, aus welchem das flüssige Blei in die Rinne *m* übergeschöpft wird, welche es auf den Test *d* führt. *n* Rauchfang über der Arbeitsseite. *o* Raum unter dem Teste zur Aufnahme der Glätte- und Reichbleitöpfe. *p* Düse zur Zuleitung von Gebläseluft oder Wasserdampf. *q* Form.

Die Testmasse, — gebrannte gemahlene Knochen mit Wasser angenetzt, welches etwa 5% Potasche oder Soda enthält, oder im Gemenge mit Holzaschenpulver — wird ausserhalb des Ofens in einem mit Querschienen (Travernen) *a* (Taf. II. Fig. 37) und Griffen *b* versehenen Testring *c* festgestampft, dann mittelst eines Messers eine etwa 2 Zoll tiefe Mulde *d* (Fig. 38) zur Aufnahme des treibenden Bleies ausgehöhlt. *e* Oeffnung in der Testmasse, zur Ablassung (Abschlagen) der concentrirten Reichwerke, während des Treibens mit Knochenaschenmehl verschmiert. *f* eingebohrte Löcher, Gitter genannt, in der Brust, welche nach einander durch Rinnen *g* mit dem Metallbade in Verbindung gesetzt, die Glätte nach unten abführen in untergesetzte gusseiserne Töpfe (Taf. III. Fig 39), die auf 4 Rädern ruhen, oder in eine Kelle, welche in einen eisernen Karren entleert wird. Statt der Löcher bringt man auch wohl eine etwa 6 Z. lange und $^5/_4$ Z. breite Oeffnung an. Nach 8—10tägigem Trocknen kann der Test in den Ofen eingeschoben werden; man hält gewöhnlich einen zweiten vorräthig, wenn der in Gebrauch befindliche schadhaft werden sollte. 2 Arbeiter fertigen in einer 12stündigen Schicht einen Test an, dessen Material bei geringerer Dicke hinreichend compact ist, in der Hitze weniger leicht reisst und halb verglast.

Gebläse.

2) Gebläse. Es genügen Balggebläse und Ventilatoren, wenn Cylindergebläse nicht zu Gebote stehen. Zuweilen wendet man Wasserdampf[1]) von $1^1/_2$—2 Atm. Spannung an (Stolberg, Belgien, Gallongate Lead Works in St. Anthony bei Newcastle), welcher das Treiben beschleunigen und schönere Glätte geben soll, häufig auch billiger, als Gebläseluft zu erhalten ist. Man legt die den Dampf zuführende Düse in eine weitere Formöffnung durch welche Luft eintreten kann, und es scheint der Wasserdampf weniger chemisch einzuwirken, als nur Zug herbeizuführen, so dass man ein Gebläse oder eine Esse entbehren kann.

Geräthschaften.

3) Werkzeuge. Die hauptsächlichsten Geräthschaften beim Abtreiben sind: Stösser zum Schlagen des Herdes; Glättemeissel zur Herstellung der Glättgassen (Taf. II. Fig. 40); Glättehaken zum Offenerhalten der Löcher *f* (Taf. II. Fig. 41) u. a.

Leitung des Treibens.

§. 46. Verfahren beim Abtreiben. Den in den Ofen eingeschobenen, etwa 4—5 Ctr. Blei fassenden Test erhitzt man langsam bis zur Rothgluth und lässt flüssiges Blei durch die Rinne *m* einlaufen oder schiebt durch eine neben der Düse befindliche Oeffnung die Bleiblöcke auf einer geneigten Eisenplatte in den Herd und lässt sie allmälig abschmelzen. Hat sich nach etwa $^1/_2$ Stunde auf dem Blei eine graue Haut gebildet, so zieht man dieselbe ab, lässt das Gebläse schwach an, schneidet, sobald sich bei gesteigerter Temperatur Glätte zeigt, mit dem Glättemeissel eine etwa 2 Z. breite Gasse nach einem der Löcher *f* und leitet bei etwa 6—8 Z. breitem Glätterande Temperatur und Gebläse so, dass die Glätte hinreichend dünnflüssig und gleichmässig durch *f* ausfliesst. Verstopft sich die Oeffnung *g*, was immer zu Zeitverlusten führt, so muss sie mittelst des Glättehakens von Zeit zu Zeit aufgeräumt, nöthigenfalls mit einem Bohrer von unten geöffnet werden. In dem Maasse, wie Glätte in den Topf abfliesst, gibt man Blei nach. Ist eine Gasse zu tief ausgefressen, so wird sie zugelegt und eine neue nach einem andern Loche *f* hin geschnitten.

1) Karst. Arch. 2 R. XXV, 577.

Sobald das Blei nach einer gewissen Zeit den hinreichenden Grad der Concentration zeigt, so lässt man ohne Blei nachzugeben, noch kurze Zeit (etwa $^1/_4$ Stunde) Glätte abfliessen und sticht dann das Reichblei durch die aufgebohrte Oeffnung *e* (Taf. II. Fig. 38) in einen etwa 14 Z. hohen und 18 Z. breiten gusseisernen Topf ab (das Abschlagen), aus welchem dasselbe zu Barren gegossen wird. Nachdem die Oeffnung *e* verschmiert, wiederholt man das Concentriren so oft, bis eine hinreichende Menge Reichblei für ein Feintreiben vorhanden ist. Hierbei verstärkt man kurz vor dem Blicken das Gebläse und heizt auch wohl statt mit Steinkohlen mit Holz, um den Blick klarer zu sehen und das Silber weniger mit Asche und Schwefel zu verunreinigen. Man sticht nach abgestelltem Gebläse das mehr oder weniger gefeinte Blicksilber entweder ähnlich wie Reichblei ab (Stolberg) und giesst es in Formen, oder kühlt den Silberkuchen langsam ab, nimmt die Steine *e* (Fig. 36) weg, legt 2 Brechstangen auf den vorderen Eisenbalken *f*, lässt den Test darauf heruntergleiten, löscht das Silber mit Wasser ab und reinigt es von anhaftender Testasche, worauf man den Test zerschlägt (Parr in Cornwall).

§. 47. Beispiele.

England.

1) Englische Hütten. In der Nähe von Newcastle[1]) erfordert ein Ofen von mittleren Dimensionen 2000 gewöhnliche, 2000 feuerfeste Steine und $1^1/_2$ Tonnen feuerfesten Thon. Quadratischer Rost 22—24 Z. breit, Feuerbrücke 14—18 Z. breit, Höhe des Schornsteins 40 Fss., Testring 4—5 Z. tief bei 4 Fss. grösserem und $2^1/_2$—3 Fss. kleinerem Durchmesser mit $3^3/_4$ Z. breiten und $^1/_2$—1 Z. dicken $4^1/_2$ Z. aus einander stehenden Eisenschienen. Dicke des ausgehöhlten Test an den Seiten oben 2 Z., unten $2^1/_2$—3 Z., am Boden $^3/_4$—1 Z., Dicke der Wand an der vordern, mit dem Gitter versehenen Seite 5—6 Z. Ein Ofen verarbeitet stündlich 5 Ctr. Blei und braucht pro Tonne verarbeiteten Reichbleies 4 Ctr. Kohlen. 1 Tonne Reichblei mit 400 Unzen Silber abzutreiben kostet 10 Sch. 10,1 Pence. Nach-

1) B. u. h. Ztg 1859. S. 434; 1862. S. 300. — Berggeist. 1861. S. 339. — Rivot, traité de métallurgie. 1860. II, 266, 288, 364.

dem während 16—18 Stunden etwa 84 Ctr. Blei bis auf 1 Ctr. concentrirt sind, werden sie aus dem Ofen abgelassen und bei hinreichendem Vorrath feingetrieben, wobei der Test am Boden eine Vertiefung hat, welche zuletzt den Silberkuchen aufnimmt. Es bleibt dann ein Theil des Boden unbedeckt, von welchem die Glätte mit einer Krücke abgezogen wird. Die erfolgende Glätte wird im Flammofen (II. 251) reducirt, Testasche und Glättfrischschlacken in Schlackenherde (II. 68) auf hartes Blei verschmolzen.

2) Auf den Hütten zu **Münsterbusch** (II, 228) und **Binsfeldhammer** (II, 84) bei **Stolberg** werden die bis zu 1% Silbergehalt durch Pattinsoniren (S. 142, 150) angereicherten Bleie in einem englischen Ofen (Taf. II. Fig. 34—38) mit Wasserdampf von $1\frac{1}{2}$—2 Atmosphären zunächst bis zu 7% Silbergehalt concentrirt, und zwar erhält man während 18 Stunden von 210 Ctr. Pattinsonirblei 7 Ctr. Reichblei. Beim Abtreiben desselben wendet man zuletzt Holz statt Steinkohlen an, sticht das Blicksilber ab, schmilzt es in Graphittiegeln von 15 Z. Höhe und 10 Z. oberer Weite um und brennt es fein.

Ein Concentrationstreiben von 50300 Pfd. Blei mit 1% Ag geschah in 16 Schichten à 24 Stunden, das Feintreiben mit 7procentigen Werken in 3 Schichten im Ganzen auf 2 Testen, auf deren erstem 35939 Pfd. Blei abgetrieben wurden. Man erhielt 514 Pfd. 22 Lth. Blicksilber, 45000 Pfd. arme Glätte mit etwa 210 Grm. Ag in 1000 Kil. für den Handel und zum Frischen im Flammofen mit 5% Reductionskohle auf gutes Feinblei, 4000 Pfd. reiche Glätte zum Frischen und Pattinsoniren des dabei erfolgenden Bleies, 50 bis 60 Pfd. Abstrisch zum Bleidreck, ferner Test, dessen reiner Theil wieder zum Herd verwandt und dessen bleihaltiger im Hohofen mit verschmolzen wird. Man brauchte bei obigem Treiben 128 Ctr. Stückkohlen und 96 Scheffel à 120 Pfd. kleine Kohlen, ferner zum Heizen des Dampfkessels $1\frac{1}{2}$ Scheffel kleine Kohlen. Arbeitslohn pro Schicht für den Treiber 20 Sgr. und für den Schürknecht 15 Sgr.

Commern. 3) Zu **Commern** in der Eifel treibt man auf $3\frac{1}{2}$ Fss. langen und 2 Fss. breiten Testen mit 6 Z. hohem Rand und 4 drei Zoll breiten Traversen. Die Brust ragt 6 Z. in

den Test hinein. Man setzt 400 Pfd. pattinsonirte flüssige Werke (S. 151) mit 24—26 Lth. Silber im Ctr. ein, treibt sie unter stetem Nachsetzen fein, bis sich so viel Silber (etwa 124 Pfd.) angesammelt hat, dass dessen Ausfluss durch die Glättgasse zu fürchten ist, und sticht dasselbe dann in ein unterstehendes Gefäss ab. Das Abtreiben von 16000 Pfd. Werken dauert 7—8 Tage und man braucht in 24 Stunden 18—20 Scheffel Flammkohle.

Drittes Kapitel.

Feinmachen des Blicksilbers.

Zweck des Feinirens

§. 48. Allgemeines. Das Feinmachen[1]) des Blicksilbers (Feinbrennen, Feinschmelzen, Raffiniren) ist ein bis zur völligen Entfernung aller oxydablen Metalle aus dem Blicksilber fortgesetzter Abtreibeprozess, welcher aber in der Regel aus der (S. 153) angegebenen Ursache in einem mehr concentrirten Raume, seltener gleich auf dem Treibherde (wie in Ungarn), vorgenommen wird. Man setzt gewöhnlich den Oxydationsprozess auf dem Treibherde nur so lange fort, bis das Silber geblickt hat. In diesem Zustande enthält es (als sogenanntes Blicksilber) noch einige Procent Unreinigkeiten, namentlich Pb, Cu, Sb, Bi etc., welche dasselbe zur Verarbeitung untauglich machen können. Schon eine geringe Menge Pb, Bi, Sb und As machen das Silber spröde, ein Kupfergehalt dagegen schadet der Ductilität des Silbers äusserst wenig, eine solche Legirung wird härter und elastischer. Es kann deshalb unter Umständen vortheilhaft sein, beim Feinbrennen das Kupfer im Silber zu lassen, wenn man letzteres demnächst mit Kupfer legirt verarbeiten will (Freiberg).

Seltener findet eine Reinigung des Silbers auf nassem Wege (Feinen, Affiniren) statt, meist nur, wenn dasselbe einen Goldgehalt besitzt.

Zusatz v. Blei oder Kupfer beim Feinbrennen.

Bestehen die Beimengungen des Silbers nur aus Blei,

---

1) Karsten's Arch. 1 R. IV, 318; IX, 49. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 81.

so ist der Feinbrennprozess sehr einfach, ist dagegen viel Kupfer, Arsen und Antimon, aber weniger Blei vorhanden, so ist die Entfernung dieser Substanzen durch ein blosses oxydirendes Schmelzen nur durch sehr lange Einwirkung der atmosphärischen Luft zu erreichen. Ausserdem verlangt das Blicksilber um so mehr Hitze zum Schmelzen, je bleifreier es ist. Man gibt in solchem Falle vortheilhaft zu dem Blicksilber einen Zusatz von Blei, welches sich oxydirt und die das Silber verunreinigenden unedlen Metalle leicht aufnimmt.

Man rechnet nach KARSTEN auf 1 Theil der fremden Beimengungen 18 Theile Blei. Auch setzt man wohl zu nickel- und kobalthaltigem Blicksilber, welches schwer treibt und grosse Neigung zum vorzeitigen Erstarren zeigt, etwas Kupfer, wodurch mehr Hitze in das Metallbad kommt. Zum Unterschiede vom Treibeprozesse läuft beim Feinbrennen die gebildete Glätte nicht von der Oberfläche des Silbers ab, sondern zieht sich in die poröse feuerfeste Unterlage (Aescher, Knochenmehl, Mergel) ein. Diese befindet sich entweder

einbrenn-apparate.

1) auf einem beweglichen Herd, auf einem sogenannten Teste, einer gusseisernen Schale oder einem Ring wie beim englischen Treibofen (S. 197), welcher, ausserhalb des Ofens mit dem Herdmaterial versehen, vor dem Gebläse, unter einer Muffel oder in einem Flammofen erhitzt wird;

2) auf einem unbeweglichen Herd, welcher auf der Sohle eines Flammofens geschlagen wird. Ausserdem kommt noch ein Feinschmelzen in Tiegeln in Anwendung.

Diese Methoden haben hinsichtlich des Brennmaterialaufwandes, der Silberverflüchtigung und der Grösse der Production einen verschiedenen Werth. Man verbraucht durchschnittlich auf 100 Pfd. Blicksilber beim Feiniren

im Flammofen mit Holzgasfeuerung (Mansfeld)	7	Cbfss.	= 70	Pfd.	Holzkohlen
in Tiegeln	7,6	„	= 76	„	„
im Flammofen mit Steinkohlenfeuerung . .	1,56	„	= 88,4	„	Steinkohlen
	0,6	„	= 6	„	Holzkohlen
vor dem Gebläse . .	8,8	„	= 88	„	„
	4,4	„	= 66	„	Holz

unter der Muffel . . 15 Cbfss. = 150 Pfd. Holzkohlen u. mehr.

Vor allen Apparaten empfehlen sich die Flammöfen sowohl hinsichtlich des minderen Brennstoffaufwandes, als auch der geringeren Silberverflüchtigung, welche beim Feinbrennen vor dem Gebläse am grössten, aber auch unter der Muffel nicht unbedeutend ist. Ob man im Flammofen den Herd beweglich oder fest macht, richtet sich hauptsächlich nach der Grösse der Production; bei einem grösseren Einsetzquantum wendet man zweckmässiger einen festen Herd an (Mansfeld, Freiberg, Przibram etc.).

Producte.

Als Producte erhält man beim Feinbrennen:

Brandsilber.

1) Brandsilber, Brandstücke (I. 712) meist mit noch 1—5 Tausendtheilen fremder Stoffe. Als Zeichen seiner Reinheit sieht man das Spratzen an, die Erhebung von Metallvegetationen auf der beim Abkühlen des flüssigen Metalls bereits erstarrten Oberfläche in Folge eines Entweichens von Sauerstoff. Wie schon LUCAS[1]) nachgewiesen hat, absorbirt flüssiges Silber wenigstens das 20fache seines Volums Sauerstoff aus der Luft, welcher nach PLATTNER (I. 713) bei höherer Temperatur Silber oxydirt. Das Silberoxyd, ähnlich vom metallischen Silber aufgelöst, wie Kupferoxydul von Kupfer, kann nur in höherer Temperatur bestehen, zerlegt sich aber bei der Abkühlung unter Entlassung von Sauerstoff. Auch beim Schmelzen des Silbers unter einer Salpeterdecke nimmt dasselbe nach ROSE[2]) Sauerstoff auf und spratzt, nicht aber unter einer solchen von Kochsalz oder Potasche.

Man sucht das Spratzen, weil dabei eine Silberverstreuung stattfindet, zu vermindern durch langsames Abkühlen oder durch Offenerhalten der Oberfläche während der plötzlichen Abkühlung durch Wasser mittelst eines Rührhakens. Gründlicher hilft ein Aufwerfen von Kohlenlösch vor der Abkühlung, welche in dem entweichenden Sauerstoff sehr lebhaft verbrennt. Es werden im Handel zuweilen Barren

1) KARST. Arch. 1 R. IV, 318. — ERDM., J. f. ökon. u. techn. Chemie. I, 487; II, 395; X, 286.

2) ERDM., J. f. pr. Chem. Bd. 38. S. 423. — Bgwfd. X, 546.

ohne Spratz verlangt, wenn man dieselben z. B., ohne sie nochmals umzuschmelzen, direct verwalzen will (Tarnowitz).

Ein geringer Goldgehalt verhindert nach LEVOL[1]) das Spratzen nicht, wohl aber ein Blei- und Kupfergehalt.

Als Kennzeichen für die Feine des Silbers betrachtet man das völlige Spiegeln seiner Oberfläche im flüssigen Zustande; man nimmt dann auch wohl eine sogenannte Spratzprobe (Tarnowitz) in der Weise, dass man etwas Silber ausschöpft, in eine eiserne Form giesst und abwartet ob ein Spratzen eintritt.

Die auf kleinen Testen vor dem Gebläse oder unter der Muffel erhaltenen Brandstücke zeigen, wie nachstehende Tabelle in Betreff Oberharzer Brandsilber ergibt, oberflächlich einen um mehrere Tausendtheile höheren Silbergehalt, als unten, wegen eines grösseren Bleirückhaltes, welche in den Handelssilbern überhaupt selten fehlt.[2])

Nasser Weg.			Nass. W.	Trockn. W
Oberprobe.	Unterprobe.	Durchschn.	Granalienprobe.	
999,4	995,4	997,4	996,4	993,3
998,4	997,4	997,9	997,4	994,0
999,4	994,4	996,9	999,4	995,8
999,4	995,4	997,4	999,4	997,8.

Beim Ablöschen der Brandstücke kann Wasser in ihren oberen porösen Theil eindringen.[3]) Das Brandsilber erfolgt in Form von Brandstücken direct aus dem Test oder, in Formen gegossen, in Barren.

Testasche. 2) Testasche, Silberkrätze, Herd (I. 779), enthält neben Bleioxyd, Kupferoxydul[4]) etc. Silber theils mechanisch beigemengt, theils als Oxyd und wird, nachdem Silberkörner und Silberwurzeln ausgehalten und der vollgesogene Theil von dem unverändert gebliebenen abgesiebt worden, in passende Schmelzarbeiten gegeben oder für sich mit etwas Blei umgeschmolzen und das erfolgende Werkblei im Probirofen abgetrieben (Tarnowitz).

1) DINGL. Bd. 93. S. 289.
2) Ursachen eines Bleigehaltes im Silber: B. u. h. Ztg. 1861. S. 391.
3) B. u. h. Ztg. 1863. S. 303.
4) DINGL. Bd. 98. S. 285.

Ein Wismuthgehalt der Erze reichert sich in der Testasche an (S. 178) und kann mit Vortheil gewonnen werden (II. 816), und zwar auf trocknem Wege nach PATERA's Methode durch theilweises Abtreiben der reducirten Bleiwismuthlegirung (II. 822) oder auf nassem Wege durch Ausziehen der Herdmasse mit verdünnter Salzsäure, Ausfällen von basischem Chlorwismuth durch Verdünnen der Lösung und Reduction des getrockneten Chlorwismuths.

3) Krätzabzüge, werden verbleit oder mit Schwefelsäure behandelt (Mansfeld).

I. Feinbrennen im Treibofen.

§. 49. Verfahren. Dieses einfache Verfahren kommt wegen grösserer Silberverflüchtigung seltener, und dann hauptsächlich zur Ersparung von Brennmaterial in Anwendung und wird z. B. zu Loher Hütte im Siegen'schen (S. 193) auf die Weise ausgeführt, dass man sofort nach dem Blicken das Gebläse abstellt und unter fortgesetzter Feuerung den Oxydationsprozess so lange dauern lässt, bis die Oberfläche des Silbers klar und spiegelnd geworden. Man erhält Brandsilber von nur 996—997 Feine, um die schon gegen das Feinbrennen in Muffeln grössere Silberverflüchtigung nicht noch mehr zu befördern.

Verfahren z. Lohe.

Es kann trotz der grösseren Silberverflüchtigung vortheilhafter sein, das Silber im Treibofen feiner als gewöhnlich zu machen und dann durch das billigere Umschmelzen in Tiegeln völlig zu reinigen, als Blicksilber mit noch einigen Procenten Unreinigkeiten in gewöhnlicher Weise feinzubrennen (Vialas, Pontgibaud).

II. Feinbrennen vor dem Gebläse.

§. 50. Verfahren. Dieses Verfahren, obgleich nur einen einfachen Apparat und wenig Brennmaterial erfordernd, ist schwierig zu leiten und die Silberverflüchtigung ist bedeutend, gestattet aber bei unreineren Silbern eine kräftige Oxydation der fremden Stoffe. Dasselbe war z. B. früher in Freiberg[1]) allgemein, dann nur noch für die güldischen Blicksilber vom Verarbeiten güldischer Krätzen in Anwendung.

Früheres Verfahren in Freiberg.

1) WINKLER, Freiberger Schmelzprozesse. 1837. S. 143.

Aehnlich wie beim Kupfergaarherd befindet sich der 9 bi
11 Z. weite und etwa 3 Z. tiefe Mergeltest vor einer Brand
mauer mit Form unter einer Mantelesse. Nach dem Eintrage
von 20—30 Pfd. Silber legt man vor die Düse einige glühend
Kohlen, setzt um den Test herum einen blechernen Kran
füllt ihn mit Kohlen an und lässt das Gebläse wirken. Die
ses gibt pro Minute etwa 18 Cubikfuss Luft. Sobald da
Silber eingeschmolzen ist, nimmt man den Blechmantel weg
zieht die glühenden Kohlen von der Oberfläche des Silber
ab und unterhält die nöthige Hitze dadurch, dass man zw
schen Test und Düse von Zeit zu Zeit einige dünne Hol
scheite und darauf glühende Kohlen legt, so dass der Win
nur die Flamme über die geschmolzene Oberfläche hinweg
führt. Diese Art des Feuerns erfordert eine grosse Vorsich
um das Silber nach dem Einschmelzen nicht erstarren z
lassen und zugleich die Berührung mit Kohle zu vermeiden
Unter öfterem Umrühren setzt man den Prozess so lang
fort, bis die Glättaugen verschwunden sind, dann tauch
man ein eisernes Häkchen in die Metallmasse und beurthei
nach dem Aussehen des anhaftenden Silbertropfens die Be
schaffenheit des Silbers. Dasselbe ist brandfein, wenn de
birnförmige, dunkelroth glühende Tropfen ganz fleckenlos
erscheint und beim Erkalten die reine weisse Farbe des
Silbers unter gleichzeitigem Spratzen zeigt. Gleichzeitig
spiegelt das Metall auf dem Teste vollkommen. Hierauf
hängt man das Gebläse ab, zieht alle Kohlen weg, kühlt
das Silber vorsichtig durch hinzugelassenes Wasser ab, hebt
es nebst Test aus dem Herd aus und reinigt dasselbe voll-
kommen. Nach 1—1½ Stunden ist ein Posten bei einem
Verbrauch von 2,2 Cbfss. Holzkohlen und 1,1 Cbfss. Holz
feingebrannt.

III. Feinbrennen unter der Muffel.

nwendbar-keit dieser Methode.

§. 51. Allgemeines. Dieses hinsichtlich des Brenn-
materialaufwandes unvortheilhafteste Verfahren liefert bei
nicht unbedeutender Silberverflüchtigung Brandstücke von
ungleichem Gehalt an verschiedenen Stellen, empfiehlt sich
aber wegen seiner leichteren Ausführung und Reinlichkeit
der Arbeit für nicht sehr unreine bleiische Blicksilber.

§. 52. Beispiele.

Unterharz.

1) Verfahren zu Oker[1]) am Unterharze. Die mit Mergel ausgeschlagenen, mit einer Aushöhlung von 2" 8"' Tiefe und von 1' 1" Durchmesser versehenen und mit Knochenmehl überkleideten Teste werden in eine Vertiefung des Brennofens (Bd. I. Taf. XII. Fig 295—297) horizontal eingestellt, mit 80—90 Mark Silber versehen und mit einer Muffel überdeckt. Diese ganze Vorrichtung befindet sich in einem kleinen, stark bauchigen, vorn offnen Schachtofen, in dessen unterer Peripherie sich 6 kleine Zugöffnungen *f* von 1/2□" Weite befinden, die durch Züge *e* mit der äusseren Luft in Verbindung gesetzt sind. Durch mehr oder weniger Verschliessen derselben lässt sich der Luftzug reguliren. Es stehen 3 solcher Vorrichtungen neben einander. Die Zuglöcher an der Muffel werden sorgfältig mit zerbrochenen Muffelstücken geschlossen, dann rings um dieselbe grosse Kohlen gelegt und die Vorderseite des Schachtes mit Barnsteinen dicht zugesetzt. Nur lässt man eine mit der Muffelmündung communicirende Oeffnung, welche aber während des Einschmelzens mit einer Kohle geschlossen wird. Hierauf wird der Ofen voll Kohlen gefüllt und diese angezündet.

Nach dem Einschmelzen des Silbers nimmt man die Kohle aus der Muffelmündung weg, rührt öfters mit einem Haken um und setzt den Prozess bei abwechselnd geöffneter und geschlossener Arbeitsöffnung, je nachdem es die Temperatur erfordert, so lange fort, bis sich keine Glätteaugen mehr zeigen und das Silber vollkommen spiegelt. Ist dieser Punct eingetreten, so lässt man auf die Oberfläche des Silbers Wasser laufen und sobald es zu spratzen anfängt, rührt man mit einer vorn gebogenen Zange an der spratzenden Stelle in dem Kuchen und hebt ihn an dieser nach Beendigung des Spratzens aus dem Ofen.

Weiche Kohlen geben einen bessern Effect, als harte. 100 Mark Blicksilber liefern durchschnittlich 95 Mark Brandsilber und sind in 5 Stunden mit 3/4 Mass = 7,5 Cbfss. Kohlen feingebrannt.

---

1) Kerl, Unterharzer Hüttenprozesse. 1861. S. 136.

Oberharzer Verfahren.

2) Verfahren in Clausthaler Münze.[1]) Die eisern Testschale (Bd. I. Taf. XII. Fig. 295—297) wird mit Aesch ausgeschlagen, getrocknet und 1' weit und 3—4" tief au geschnitten. Kleine Teste fassen 28—30, grosse 35—45 Pf Silber von den Oberharzer Hütten.

Die Brennöfen sind ähnlich wie am Unterharz eing richtet; es sind 3 kleine vorhanden für je eine Muffel, dar zwei grosse, in welchen 4 Muffeln neben einander stehe können. Die grossen Oefen haben an der Rückwand 4 Zug löcher, die kleinen zu beiden Seiten und hinten eine. D Einsetzen der Teste etc. geschieht wie zu Oker. 45 Pfun Blicksilber sind bei zugelegter Muffelmündung etwa nach Stunden eingeschmolzen, dann wird diese geöffnet und einig Zeit mit einem eisernen Haken umgerührt, hierauf wiede $\frac{1}{2}$ Stunde zugelegt, dann abermals umgerührt. Dies pfleg in Intervallen von $\frac{1}{2}$ Stunde 3 mal zu geschehen, dann gibt man die letzte $\frac{1}{2}$stündige Hitze. Während des Um rührens zeigen sich auf dem Metallbade Glätteperlen, di gegen das Ende des Prozesses ganz verschwinden. Sobal das Silber vollkommen spiegelt, lässt man es etwas abkühlen giesst dann Wasser auf und verhindert das Spratzen durch Offenerhalten der Mitte mittelst eines Hakens. Man rechne pro Mark $1\frac{1}{4}$ Loth Abgang.

Versuche auf Mergeltesten und Mergelherden fielen un günstig aus, indem der Prozess bedeutend verzögert wurde oder das Brandsilber gar nicht fein werden wollte.

Victor-Friedrichshütte am Harze.

3) Zur Victor-Friedrichshütte geschieht das Fein brennen von 50—60 Mark Blicksilber auf Testen, welche mit Knochenmehl und alter Treibmergelasche ausgeschlagen sind. Der Test wird auf hochkantig gestellte Steine in den Brennofen gesetzt, so dass auch eine Erhitzung desselben von unten stattfinden kann. Man erhält 95,1% Brand silber mit 15 Lth. 17 Grän Feingehalt. 100 Mark Blick silber erfordern zum Feinbrennen $2\frac{1}{2}$ Maass à 150 Pfd. Birken- und Buchenkohlen, $\frac{1}{2}$ Scheffel Herdmergel und 3 Pfd. Knochenmehl.

1) Kerl, Oberharzer Hüttenprozesse. 1860. S. 465.

IV. Feinbrennen in Flammöfen.

§. 53. Allgemeines. Dieses Verfahren ist hinsichtlich des Brennstoffaufwands, der Grösse der Production, der Schnelligkeit und der Kosten das vortheilhafteste und steht in Betreff der Silberverflüchtigung den übrigen nicht nach. Je nach der Grösse der Production, welche weit unbeschränkter ist, als bei den vorigen Methoden, schlägt man den Herd, was bequemer ist, ausserhalb des Ofens in einem Test oder Testring und setzt ihn in den Ofen mit fester Haube ein oder bei grösserer Production schlägt man den Herd im Ofen selbst bei unbeweglicher gemauerter oder beweglicher eiserner Haube.

Anwendbarkeit.

Zur Verminderung der Silberverflüchtigung geschieht das Einschmelzen des Silbers möglichst rasch und zweckmässig bei einer Decke von Kohlenlösch und Sägespänen, welche um so länger auf demselben beizubehalten ist, je mehr Antimon, Blei, Arsen etc. vorhanden. Die Entfernung solcher Stoffe kann durch Anwendung von Gebläseluft (Freiberg) beschleunigt werden. Schwieriger lässt sich wismuthhaltiges Silber feinen. Die nach dem Abziehen des Krätzes oberflächlich gebildeten Glättaugen lässt man unter öfterem Umrühren sich entweder nur in den Herd ziehen oder beseitigt ihre Entfernung durch Aufstreuen von Testasche, wodurch auch der Silberverdampfung entgegengewirkt wird. Die Schnelligkeit, mit welcher die Glättaugen nach dem Rande zu eilen, gibt ein Anhalten für die im Ofen herrschende Temperatur. Bei zu schwierigem Einschmelzen setzt man wohl einige Procent Blei und dem zu langsam treibenden, leicht erstarrenden Silber etwas Kupfer zu.

Raffinirverfahren.

Die Feine des Silbers wird angezeigt durch völliges Spiegeln der Oberfläche, die Spratzprobe (S. 204) und wenn eine genommene Granalienprobe eine rein silberweisse Farbe, eine Löffelprobe die gleiche Farbe, sowie Geschmeidigkeit und auf dem Bruche Atlasglanz hat.

Bei Oefen mit unbeweglichem Herd (Taf. II. Fig. 42, 43, 46, 47) wird das Silber in Formen ausgekellt (Freiberg, Mansfeld, Przibram), bei solchen mit beweglichem Herd (Taf. II. Fig. 44, 45, 48, 49) entweder auf demselben abge-

löscht (England, Tarnowitz) oder abgestochen (Poullaouen) oder durch Kippen des Herdes in Formen entleert (Kongsberg). Zuweilen gibt man den Feinbrennöfen zwei Herde übereinander (Taf. II. Fig. 48), wo dann der obere zum Vorwärmen des Blicksilbers, der untere zum Feinbrennen dient (Poullaouen).

A. Feinbrennen in Flammöfen mit beweglichem Herd.

Ofenconstruction.

§. 54. Allgemeines. Der Herd ruht entweder, wie beim englischen Treibofen, auf Eisenbalken (England) oder wird auf einem Wagen in den Ofen geführt und dann emporgeschroben (Tarnowitz) oder wird in Zapfen aufgehängt und lässt sich behuf seiner Entleerung kippen (Kongsberg). Die Feuerung geschieht mit Steinkohlen und Holz (Holzappel). Die Testmasse besteht aus Knochenmehl, welches zur Verhütung einer Sinterung aber nicht mit Potaschenlösung getränkt wird, aus Mergel oder feingesiebter Frischschlacke vom Schwarzkupferschmelzen (Kongsberg).

§. 55. Beispiele.

Tarnowitz.

1) Tarnowitz. In dem Feinbrennofen (Taf. II. Fig 44, 45) ruhte der Test *d* früher auf Eisenbalken *e*, wird aber jetzt nach erfolgter Austrocknung und Besetzung mit Brandsilber auf einen Wagen gebracht, dieser auf einer Schienenbahn in den Ofen gefahren, mittelst Kurbel, konischen Räderpaares und Schraubenstange auf der Unterlagsplatte bis zur betreffenden Höhe aufgeschroben und die Ränder des Testes mit Knochenasche bestreut, um die Fugen zwischen Testring und Ofengemäuer, sowie ersteren selbst zu decken. Man hat Knochenmehlteste von 100, 50 und 25 Pfd. Fassungsraum. *a* Schürloch. *b* Rost. *c* Arbeitsöffnung. *f* zur 50 F. hohen Esse führender Fuchs.

Man setzt das eingeschmolzene Silber so lange unter öfterem Umrühren dem Luftzutritt aus, bis die Oberfläche spiegelt und die Spratzprobe (S. 204) die Feine anzeigt, schraubt dann den Test nieder, schiebt den Wagen vor und lässt das Silber entweder mit der gehörigen Vorsicht ausspratzen oder verhütet das Spratzen ganz durch Aufstreuen von Kohlenlösch. Werden oblonge Barren verlangt,

o gibt man der Testmasse gleich die entsprechende Barren-
orm. Während 5—7 Stunden braucht man 1—1½ Ton.
teinkohlen und es erfolgten in 1862 von 100 Pfd. Blicksilber
6,812 Pfd. Brandsilber von 999 Feine und 19 Pfd. Test
ei 1 Sgr. 2 Pf. Herstellungskosten für 1 Pfd. Brandsilber.
an verbraucht auf 100 Pfd. Brandsilber 1,27 Ton. Stein-
ohlen und 32,18 Pfd. Knochenasche. Die Krätze wird
erbleit und das erfolgende Werkblei im Probirofen auf
ogenannte Probegranalien vertrieben.

England.

2) England. Die auf einem Wagen in den Ofen ein-
eschobene Capelle wird rothglühend gefeuert, mit etwa
40 Kil. Blicksilber besetzt und dieses bis zum Spiegeln
twa 6 Stunden im Fluss erhalten. Man lässt das Silber
ntweder auf dem Test erstarren oder sticht dasselbe durch
en Boden des Testes in ein Gefäss ab, welches bedeckt
ird, oder schöpft es aus, wenn mehrere Einsätze gleich
inter einander gefeint werden sollen.

Poullaouen.

3) Poullaouen.[1]) Der Raffinirofen (Taf. II. Fig. 48, 49)
at 2 Herde, auf deren obersten *d* der in 2 Stücke zerbro-
hene Silberblick erhitzt wird. Der aus Kalk und Thon
ünstlich zusammengesetzte, in einem Test *b* geschlagene
erd wird im Ofen während 4 Stunden in Rothgluth ge-
racht, dann 20—21 Kil. Blicksilber aufgesetzt und dieses
2½—3 Stunden mit etwa 1 Ton. (20 Ctr.) Holz feinge-
rannt. Das Silber wird in 2 Formen abgestochen, welche
an in die Oeffnung *c* nach einander stellt. Feingehalt
es Silbers 997 Tausendtheile.

Aehnlich geschieht das Feinbrennen zu Huelgoat.[2])

Kongsberg.

4) Kongsberg.[3]) Der gebräuchliche Ofen ist ähnlich
ie der Tarnowitzer, nur wird der Test anders einge-
racht und die Testasche besteht aus feingesiebter Frisch-
chlacke vom Schwarzkupferschmelzen, was sich hinsichtlich
eiterer Verarbeitung der Krätzen vortheilhaft gezeigt hat.

---

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 350. — Rivot, traité de métallurgie. 1860. II. 617, 648.
2) Rivot, c. l. S. 625.
3) Tunner's Jahrb. 1852. S. 192. — B. u. h. Ztg. 1855. S. 106, 117; 1856. S. 164; 1862. S. 437.

Der Test ist an seinen beiden Enden mit zwei starken eisernen Zapfen versehen, welche in vier Gabeln eingreifen die auf einem eisernen Wagen stehen. Die beiden hinteren haben genau die passende Länge, um den Test im Niveau des Herdes zu tragen. Die vorderen sind um $1^1/_2$ Fuss kürzer. Der ganze Wagen ist auf Schienen beweglich und kann in den unten ganz offenen Ofen geschoben werden. Die hintere Kante des viereckigen Testes stösst hart an das Ofengemäuer. An der vorderen Seite, in deren Mitte sich die Arbeitsthür befindet, ist eine starke eiserne Gabel im Mauerwerk eingelassen. Die beiden nach unten gerichteten Zinken sind mit Haken versehen, in welche die vordern Zapfen des Testes, die um einige Zoll über die Gabeln vorspringen, zu liegen kommen. Der nach oben gerichtete Theil der Gabel ist mit einem Schraubengewinde versehen und geht durch eine festliegende Mutter, welche zugleich die Nabe eines konischen Kammrades bildet, in welche ein anderes vertikales eingreift, welches an einer horizontalen, ausserhalb des Ofens mit einer Kurbel versehenen Welle befestigt ist. Durch Drehung der Kurbel hebt und senkt man den Herd ganz beliebig, indem er sich um seine hinteren feststehenden Zapfen dreht. Während der Arbeit hängt er horizontal und bildet ganz wie ein auf festen Trägern ruhender Test den Herdboden. Ist die Arbeit bis zum Ausgiessen beendigt, so stellt man vor dem Ofen eine senkrechte eiserne Welle auf, welche zwei concentrische Spiralwindungen trägt, die, mit Einschnitten versehen, die Formen aufnehmen. Beginnt man mit dem Ausgiessen und ist der Test an der Schnauze durchstochen, so muss die höchststehende Form sich unterhalb derselben befinden. Darauf senkt man den Test, füllt die Form, hebt den Test wieder, bringt eine zweite Form durch eine kleine Drehung der Welle darunter, füllt auch diese und fährt so fort, bis alles Silber ausgegossen. Nach dem Ausgiessen lässt man den Test so weit nieder, dass auch die vorderen Zapfen in die Gabeln eingreifen und zieht ihn dann mit dem Wagen heraus.

Krätzen und Herd vom Feinbrennen schmilzt man über einem kleinen Krummofen durch und setzt die dabei erfol-

gende, dem Blicksilber ähnliche Legirung mit 8—10 Lth. Silber beim nächsten Feinbrennen zu. Der gleichzeitig fallende Stein mit 8—12 Mark Silber im Centner kommt zu einer der Verbleiungen (S. 79), die 2—3löthige Schlacke zur Roharbeit (S. 71). Von 3823 Mark Blicksilber wurden beim Feinbrennen ausgebracht: 3532 Mark 12 Lth. Feinsilber, 32 Mark 12 Lth. Silber in den Krätzen und 14 Mark 6 Lth. im Flugstaub.

B. Feinbrennen in Oefen mit unbeweglichem Herd.

§. 56. Allgemeines. Diese Oefen werden meist für grössere Einsätze (bis 25 Ctr.) angewandt, seltener für kleinere (Holzappel). Die Oefen müssen die rasche Hervorbringung einer hohen Temperatur gestatten, also bei hoher Esse einen im Verhältniss zum Herd geräumigen Feuerungsraum besitzen. Oefen mit Gasfeuerung (Mansfeld) gestatten eine Oekonomie an selbst minderem Brennmaterial (S. 202), sind aber weniger einfach zu leiten und lassen keine so momentane Regelung der Temperatur zu. Man wendet seltener Holz (Holzappel), als Steinkohlen an. Die Entleerung des Ofens durch Schöpfen ist unbequemer, wie bei beweglichen Testen, gestattet aber ein wiederholtes Besetzen des Herdes. Die gemauerte Haube ist entweder unbeweglich (Przibram, Mansfeld) oder es ist eine bewegliche eiserne Haube vorhanden (Freiberg, Holzappel).

Ofenconstruction.

§. 57. Beispiele.

1) Przibram.[1]) Der Feinbrennofen (Taf. II. Fig. 42, 43) hat zur Unterlage für den Herd eine Eisenplatte *a*, darauf kommt ein 3 Z. hoher Chamotteherd *k* aus gleichen Theilen $1^1/_2$—2 Cbz. grosser Ziegelstücke und Thon und darauf wird der Schmelzherd *b* aus 2 Thln. neuem und 1 Thl. altem Mergel, in der Mitte 3 Z. dick, geschlagen. Der tiefste Punct dieses Herdes liegt 8 Z. unter der Kante der Arbeitsthür *e*, im zweiten Drittel des Herds unter dem Fuchse gemessen. Gegen Fuchs *c* und Feuerbrücke *d* steigt der Herd an. *f* Rost. *g* Schüröffnungen. *h* in die Esse führender Canal.

Przibram.

1) Oest. Ztschr. 1858. S. 52.

Man schmilzt jedesmal 4000 Mark Ag, mit Steinkohlenlösch oder Sägespänen bedeckt, in der ersten halben Stunde bei schwacher, dann bei stärkster Feuerung in etwa 2 Stunden ein, rührt durch, zieht die Krätze ab und streut alle $^1/_4$—$^1/_2$ Stunde 3—4 mal Testasche (2 Vol. Holz- und 1 Vol. Knochenasche) aufs Metallbad. Ist das Silber nach 5—6 St. fein geworden, so zieht man die Testasche ab, bedeckt dasselbe mit Holzkohlenlösch zur Verhütung des Spratzens, kellt das Silber aus und gibt dann sofort einen neuen Einsatz. Man verbraucht 5—6 Ctr. Steinkohlen.

Freiberg.

2) Freiberg. Der 4 Fss. lange und 3 Fss. breite Herd des Schmelzofens ist mit einer eisernen beweglichen Haube überdeckt; der Rost hat 12 Q. F. Fläche, das Flammloch $^1/_2$, der Fuchs $^1/_{12}$ und die Esse von 70 Fss. Höhe und 20 Z. Weite $^1/_4$ der Rostfläche Querschnitt. Zu beiden Seiten der Feuerbrücke münden $^1/_2$ Z. weite Düsen auf den Herd. Um den Luftzutritt in der Gewalt zu haben, macht man das Schürloch klein und legt den Rost tiefer unter die Feuerbrücke, was auch die Anwendung magerer Kohlen gestattet. Auf einer starken Eisenplatte ruht ein Chamotteherd und darauf der Schmelzherd aus 3 Thln. altem und 5 Thln. frischem Mergel. Man schmilzt auf dem rothglühend gemachten Herd nach und nach 20—25 Ctr. Blicksilber bei möglichstem Luftabschluss unter einer Decke von Holzkohlen und Holz rasch ein, lässt dann nach etwa 3 Stunden, wenn das eingeschmolzene Silber gehörig hitzig ist, aus den Seitendüsen schwache Gebläseluft einströmen, rührt das Bad von Zeit zu Zeit mit einem Haken um und streut zur Aufsaugung der Glätte etwas Mergel auf.

Ist die Feine, welche man an einer Löffelprobe (Farbe, Glanz und Biegsamkeit) erkennt, eingetreten, so bedeckt man das Silber mit Holzkohlen und kellt es mit eisernen Kellen in halbkugelige gusseiserne Formen zu Barren von 18—20 Pfd. Gewicht aus, während dessen so stark gefeuert wird, dass das Silber im Ofen nicht erstarrt. Die Formen stehen auf einem Tische mit aufgebogenem Blechrand.

Man erhält bei einer Arbeitsdauer von 10—12 [illegible] und 3—$3^1/_2$% Abgang Silber von 99,6—99,8% [illegible] verbraucht 3—4, mit dem Anfeuern [illegible]

= 185—190 Pfd.) weiche Schieferkohlen. Fegedreck und Krätze werden beim nächsten Raffiniren zugesetzt, die Testasche durch Behandeln mit Salzsäure (S. 205) auf Wismuth benutzt oder in die Schmelzarbeiten gegeben.

Mansfeld.

3) Mansfeld. Der Raffinirofen[1]) (Taf. II. Fig. 46, 47) ist mit einem Holzgasgenerator *b* versehen, welcher durch *a* mit harten Holzkohlen versehen wird. Das Gas tritt durch *c* in den aufsteigenden Canal *d* und von da durch mehrere Oeffnungen *e* und *f* in den Mengungscanal *g*, in welchen durch mehrere Züge atmosphärische Luft einströmt. *h* Feuerbrücke. *k* Herdgewölbe. *l* Fuchs. *m* und *n* Flugstaubkammern. Das Fundament des Ofens bildet eine mit Kreuzcanal versehene Barnsteinmauerung, auf welcher eine starke Lage Kieselsteine zur leichtern Ablösung etwa durchgehenden Silbers sich befindet. Die Kieselsteine überdeckt eine 1 Z. hohe Schicht gepochter Quarz und auf diesem ruht der muldenförmige etwa 5—6 Z. starke Herd von ausgelaugter, gesiebter und angefeuchteter Seifensiederasche mit 12% Kalk, bei einigem Fall nach der Arbeitsöffnung zu behuf bequemen Auskellens.

Nachdem der 12 Stunden vor dem Einsetzen geschlagene Herd getrocknet und 6 Stunden lang mit etwa 1 Tonne glühender Kohlen abgewärmt worden, beginnt man den Generator mit Wellholz zu feuern, um zur Vermeidung von Explosionen in den Flugstaubkammern den Ofen soweit zu erhitzen, dass sich das später entwickelte Kohlenoxydgas sofort entzündet, und gibt dann Holzkohlen in denselben nach. Hierauf setzt man das beim Ziervogel'schen Prozess erhaltene, noch durch Gyps, metallisches Kupfer und basisch schwefelsaure Salze vermengte Cementsilber in Posten von 800—1100, durchschn. 1000 Pfd. zu 2—3 Malen hinter einander ein, sobald der vorhergehende Einsatz geschmolzen ist, und schmilzt bei verschmierten Thüren Alles während 6½—7 Stunden ein, indem man zuletzt das Krätzsilber von der vorhergehenden Charge hinzufügt. Sodann zieht man die gebildete mussige Schlacke ab, feuert einige Zeit stark, stellt den Gasstrom ab, öffnet die Arbeitsthür und zieht die

---

1) Grützner, die Augustin'sche Silberextraction. 1851. S. 118.

Krätze wiederholt so lange ab, bis das Silber spiegelt und eine mit dem Feineisen genommene Probe einen dünnen silberweissen, knospigen, geringelten Ansatz ohne Flecken zeigt, auch ein dünner Zain mehrere Biegungen aushält ohne zu brechen. Das mit überthonten angewärmten Eisenkellen zu 30—40 Pfd. schweren Barren gegossene Silber, mit Kohlenstaub überworfen, hat 98,0—98,3% Feine. Die abgezogene Krätze wird dann zur Ausschmelzung des metallischen Silbers nochmals in den heissen Ofen zurückgegeben, das erfolgende Krätzsilber beim nächsten Raffiniren zugesetzt, die ausgesaigerte Schlacke (Silberkrätze) mit dem ausgebrochenen Herd gepocht und durch Sieben durch ein Sieb mit 100 Löchern pro Q. Z. von eingeschlossenen Silbergranalien getrennt. Das Siebfeine mit 12% und mehr Silber wird mit 12% verdünnter Schwefelsäure zu einem Brei angerührt, dieser 2—3 Tage lang einer Temperatur von 60 bis 80° C. ausgesetzt und im Röstflammofen $1^1/_4$—$1^1/_2$ Stunden gelinde geröstet, bis eine genommene Probe eine genügende Silbervitriolbildung anzeigt. Die abgekühlte Post wird nach dem Auslaugen abermals mit 6% Schwefelsäure in vorhinniger Weise behandelt und durch nochmalige dritte Extraction der Silbergehalt des nun zur Röstung des Kupfersteines kommenden Rückstandes auf 16—18 Lth. im Centner herabgebracht. Der Flugstaub wird dem Verschmelzen des Röstflugstaubes übergeben.

Auf 1000 Pfd. Cementsilber verbraucht man in 12 Stunden zum Anwärmen 1 Tonne Holzkohlen ($7^1/_9$ Cbfss.) und 2 Schock Waasen, zum eigentlichen Raffiniren $9^1/_2$ Ton. Holzkohlen und erhält von 100 Ctr. Cementsilber mit 860 bis 870% Feine an 73 Ctr. raffinirtes Silber mit 98—98,3% Feine.

Holzappel. 4) Zu Holzappel wird ein gemauerter Herd von 2 F. 8 Z. Durchmesser und 9 Z. Tiefe mit Treibherdmasse ausgeschlagen, ausgeschnitten und mit einer grossen Muffel überdeckt, deren Oeffnung mit dem nebenliegenden Windofen communicirt. Nachdem der Herd mit buchenen Splittern rothwarm gefeuert, setzt man 60 Mark Silber mit 95% Ag ein, welche nach 10 Stunden feingebrannt sind. Das Feinsilber wird mit möglichst wenig Wasser abgelöscht, vorsichtig aus

dem Brennherde genommen, mittelst eines Spurmessers der Herd ausgeschnitten, gesäubert und wieder mit 60 Mark Silber besetzt, welche nach 8 Stunden fein werden. Gewöhnlich benutzt man den Herd noch zum dritten Male. Das Silber wird mit 286 Grän Feingehalt abgegeben.

Ems. 5) Ein ähnliches Verfahren findet zur Emser Hütte statt. Der Herd ist mit einer eisernen Kuppel mit 2 Zugöffnungen überdeckt und das Feuern geschieht mit Birkenholz.

V. Feinschmelzen in Tiegeln.

Vortheilhaftigkeit dieses Verfahrens. §. 58. Allgemeines. Dieses Verfahren erfordert im Vergleich zum Feinbrennen unter der Muffel weniger Brennmaterial bei geringerem Silberverlust und liefert ein gleichmässiger feines Silber, gestattet aber keine bedeutende Production und gibt Verluste durch Reissen der Tiegel, weshalb dasselbe neuerdings mehrfach durch das Raffiniren im Flammofen ersetzt ist (Przibram). Dieses Schmelzverfahren, verbunden mit Herstellung eines schon ziemlich feinen Silbers im Treibofen, kann ökonomisch vortheilhafter sein, als das Feinbrennen eines minder reicheren Blicksilbers in gewöhnlicher Weise (Vialas). Die grösseren Silberverluste bei Herstellung eines reicheren Silbers im Treibofen können durch das billigere Raffiniren durch Umschmelzen in Tiegeln mehr als aufgewogen werden. Bei Anwendung eines Flammofens zum Raffiniren wird sich jedoch in den meisten Fällen die Darstellung eines Blicksilbers mit mehreren Procenten Unreinigkeiten eignen. Das Schmelzen geschieht entweder in Graphittiegeln bei Holzkohlenfeuerung in Windöfen[1]) oder in gusseisernen Tiegeln[2]) mit Flammenfeuerung (Bd. I. Taf. XII. Fig. 298). Letztere sind dauerhafter, als erstere, halten mehr Schmelzungen aus, gestatten ein kräftigeres Durchrühren der Masse, was die Reinigung beschleunigt, man erhält weniger Gekrätz, die Steinkohlenfeuerung ist billiger und die Silberverflüchtigung geringer, als in Holzkohlenöfen, welche mit einer scharf ziehenden Esse verbunden sein müssen. Schmiedeeiserne

1) Gätzschmann, Augustin'sche Extraction. 1851. S. 115.

2) B. u. h. Ztg. 1848. S. 406; 1858. S. 455. — Dingl. Bd. 167. S. 36.

Tiegel, obgleich anfangs hoch im Preise, werden zuletzt doch wohlfeiler durch ihre Dauer und angenehmer durch ihre Sicherheit, insofern sie aus Herdstabeisen bestehen. Tiegel aus Puddeleisenblech[1]) blättern in der Glühhitze nach einiger Zeit auf, werden dann eben so unzuverlässig, wie Graphittiegel, und das Silber verunreinigt sich mit dem sehr schwer wieder zu trennenden Eisen.

§. 59. Beispiele.

Przibram.

1) Przibram.[2]) Statt des Feinbrennens unter der Muffel behuf Ersparung von Brennmaterial und Verringerung der Silberverflüchtigung 1850 eingeführt, ist das Tiegelschmelzen neuerdings dem wohlfeileren Flammofenschmelzen (S. 203) gewichen. Das Verfahren bei ersterem war nachstehendes:

Der Graphittiegel steht in 4—6 Z. Höhe auf dem Roste des 30 Z. tiefen, oben 26 und unten 21 Z. weiten Windofens, wird schwach angewärmt, mit Blicksilber gefüllt, mit einem schmiedeeisernen Deckel versehen, die Feuerung begonnen, nach 1½—2 Stunden, wenn das Silber am Boden zu schmelzen anfängt, frisches Silber nachgesetzt und dies 3—4mal wiederholt, bis der Tiegel bis 3 Z. unter dem Rand voll ist, was nach 3—4 Stunden der Fall. Man gibt Einsätze von 600—1400 Mark. Nachdem von der flüssigen Masse der Krätz abgenommen, gibt man auf dieselbe 16 bis 24 Lth. Testasche (2 Vol. ausgelaugte Holzasche und 1 Vol. Knochenmehl) und erneuert diese unter öfterem Umrühren wiederholt (15—20mal), so bald sie eine breiartige Beschaffenheit zeigt. Den rothglühenden Test schiebt man an einigen Stellen zusammen, damit die Luft an den dadurch geöffneten Stellen zur Metallmasse treten und die Feine (das Spiegeln) beobachtet werden kann. Dann gibt man ein Gemenge von 1½ Lth. Boraxglas und 1½ Lth. Salpeter auf das Silber, bedeckt den Tiegel, zieht nach 10 Min. das Gekrätz ab, wirft etwas Kohlenstaub auf die Oberfläche und kellt bei nicht zu hoher Temperatur, der Silberverflüchtigung

1) Kunst- und Gewerbe-Blatt des polyt. Ver. f. d. Königr. Baiern. Juni 1863. S. 327. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 274.

2) Oest. Ztschr. 1856. S. 349.

egen, aus. Bei zu hoher Temperatur während der Oxy-
ition, durch ein Kochen des Silbers zu erkennen und wenn
e Testasche wenig Glätte aufsaugt, öffnet man auf kurze
sit die Arbeitsthür, während sonst nur eine in derselben vor-
indene kleine Thür offen bleibt. Auch letztere wird ge-
hlossen, unter Nachtragen von Kohlen, wenn das Silber
ı kalt wird.

Die Operation dauert 11—14 Stunden bei Einsätzen
on 900 Mark. Zum Feinen von 1800 Mark Silber in
Tiegeln sind 65—70 Cbfss. harte Holzkohlen erforderlich,
as Silber enthält $15\frac{1}{2}$—16 Lth. fein. Aus den mittelst
ines durchlöcherten Löffels abgeschöpften Testen werden
lie Silberkörner ausgelesen und die zurückbleibende Krätze
eim Abtreiben eingetränkt.

Pontgibaud.

2) Zu Pontgibaud[1]) wird seit 1849 statt des Fein-
rennens ein Feinschmelzen des Blicksilbers in 0,3 Meter
ohen, oben 0,18 Meter und unten 0,09 Meter weiten Gra-
hittiegeln bei Zusatz von etwas Salpeter und Quarz vor-
genommen. Der Windofen hat 0,5 Quadratmeter im Quer-
chnitt, ist bis auf den Rost 0,6 Meter tief, der Schornstein
at 0,5 . 0,15 Meter Querschnitt und ist 5 Meter hoch.

Man füllt den mit glühenden Kohlen und Cokes umgebe-
en Tiegel nach und nach mit 19—20 Kilogr. Silber und setzt
abei allmälig $\frac{1}{2}$ Kilogr. Salpeter und Quarz zu. Nach
twa 1 Stunde ist Fluss eingetreten und in $1\frac{1}{2}$ Stunden
er Prozess beendigt. Man entfernt die Oxyd- und Schlacken-
chicht von der Oberfläche, untersucht durch Zusatz von
uarz und Salpeter, ob sich von Neuem eine solche Schicht
ildet, und giesst, wenn dieses nicht der Fall ist, den Inhalt
les Tiegels in cylindrische Formen. Das Silber hält $^{997}/_{1000}$.

Neuerdings schmilzt man das Silber ohne allen Zusatz
o schnell als möglich um, damit dasselbe homogener wird.

Vialas.

Ein ähnlicher Prozess wird zu Vialas[2]) ausgeführt
mit Blicksilber, welches im Treibofen schon stark gefeint
st. Dabei finden zwar grössere Silberverluste statt, aber

---

1) B. u. h. Ztg. 1851. S. 379.

2) Rivot, traité de métallurgie. II, 608. — Ann. d. min. 1863. IV, 121.

die Kosten des nachfolgenden Schmelzens des Silbers mit Quarz sind um so geringer.

Freiberg.

3) In Freiberg[1]) wurde früher das von der Amalgamation kommende kupferhaltige Tellermetall durch Umschmelzen in gusseisernen Tiegeln von Blei, Antimon etc. befreit, um als 11—12löthiges kupferhaltiges Raffinatsilber abgegeben zu werden. Der Schmelzapparat hatte die Bd. I. S. 537. Taf. XII. Fig. 298 angegebene Einrichtung.

Man schmilzt in dem Tiegel bei aufgesetztem Deckel und einer Decke von Kohlen allmälig 350—370 Pfd. Silber in etwa 6 Stunden ein, verstärkt alsdann die Hitze, bis das Metall in treibende Bewegung geräth, zieht die sich abscheidende Schlacke mittelst eines durchlöcherten Löffels ab, bedeckt die Oberfläche wieder mit Kohlen und rührt mit einem Haken, namentlich den Boden und die Seitenwände bestreichend, gut um. Nach dem Umrühren verstärkt man das Feuer etwa 5 Minuten lang, zieht Schlacke und wiederholt dieselben Operationen nochmals. Darauf nimmt man zur Prüfung des Silbers auf den Antimongehalt eine Schöpfprobe, granulirt dieselbe, löst 1 Probirctr. der trocknen Granalien in Salpetersäure und schliesst aus der entstehenden mehr oder weniger starken Trübung oder der Bildung eines Pulvers auf den Antimongehalt. Danach ist entweder eine noch fernere Reinigung des Silbers erforderlich, — wozu man die flüssige Masse mit einem durchlöcherten Löffel öfters in die Höhe hebt und wieder in den Tiegel zurücklaufen lässt — oder die gehörige Reinheit vorhanden. In letzterem Falle nimmt man nochmals eine Granalienprobe, treibt 1 Mark davon mit 16 Bleischweren auf einer Capelle ab und untersucht gleichzeitig eine Zainprobe auf ihre Sprödigkeit. Dann wird die 74—84% Feinsilber enthaltende kupferige Legirung in mit Pech ausgestrichene eiserne Formen gegossen, mit Kohlenstaub bedeckt, im schwachroth glühenden Zustande herausgenommen, behämmert und mit Wasser abgelöscht. Die ganze Operation ist in 8 Stunden beendigt.

1) Winkler, europ. Amalgam. d. Silbererze. 1848. S. 125. — B. u. h. Ztg. 1856. S. 70.

Das Schlackengekrätz wird gepocht und mit Potasche und Salpeter in einem hessischen Tiegel verschmolzen. Der dabei erfolgende Metallkönig kommt zum Hauptschmelzen; der Stein mit 25—60 Mark Silber zur Amalgamation und die Schlacke zur Bleiarbeit. Der Bruttoverlust beim Umschmelzen beträgt $1\frac{1}{2}\%$.

Zur Zeit geschieht in Freiberg das Feinbrennen in Flammöfen (S. 214).

Arany-Idka.

4) Zu Arany-Idka[1]) in Oberungarn wird das Amalgamationsglühsilber in einem gusseisernen Tiegel eingeschmolzen, welcher mit einem thönernen Deckel versehen, in einem Windofen (Taf. II. Fig. 65) von 28 Z. Durchmesser und 24 Z. Höhe steht.

Der auf einem gusseisernen Fuss stehende Tiegel wird mit todten Buchenkohlen umgeben, glühende Kohlen darauf gethan und der Schlot aufgesetzt, worauf nach $1\frac{1}{2}$ Stunden die Tiegelfüllung eingeschmolzen ist. Man trägt dann die zweite Hälfte Glühsilber nach, thut nach deren Einschmelzen auf die Oberfläche einige Pfund Potasche mit Salpeter und Glaubersalz und verstärkt die Hitze soweit, dass das Metall in treibende Bewegung geräth. Die entstehende Schlacke wird mit einem durchlöcherten Löffel weggenommen, die Masse gut durchgerührt, abermals Schlacke genommen und, wenn die Oberfläche spiegelnd geworden, das Silber mit eisenblechernem Schöpftiegel von 3 Z. Durchm. und 5 Z. Tiefe mit 5 F. langem Stiel in 10 Z. lange, 3 Z. breite und $1\frac{1}{2}$ Z. tiefe schmiedeeiserne Eingüsse mit 25 Z. langer Handhabe geschöpft, dann mit Kohlenstaub bestreut, noch glühend aus der Form genommen, behämmert und mit verdünnter Schwefelsäure oberflächlich gereinigt. Das Rohsilber enthält 0,610—0,670 Münzpfd. Ag, 0,390—0,330 Mzpfd. Cu nebst kaum wägbaren Theilen von Eisen, Antimon und Blei. Das circa 1% betragende Gekrätz wird gerieben, abgesiebt und die Siebgröbe beim nächsten Schmelzen zugesetzt.

---

1) Handschriftliche Mittheilungen des k. k. Hüttenmeisters Joh. v. Szolcsany.

Viertes Kapitel.

Extraction des Silbers aus Werkblei mittelst Zinks.

Verfahren.

§. 60. Allgemeines. Nach PARKES[1]) lässt sich silberhaltiges Blei dadurch entsilbern, dass man dasselbe im geschmolzenen Zustande mit flüssigem Zink einige Male umrührt, dann ruhig stehen lässt. Beim Abkühlen scheidet sich silberhaltiges Zink auf der Oberfläche ab, welches mit durchlöcherten Löffeln ausgeschöpft oder in Scheiben abgehoben wird. Das Zink wird vom Silber entweder durch Säuren (Salzsäure oder Schwefelsäure) oder durch Destillation getrennt. Den silberhaltigen Rückstand kann man durch Feinbrennen noch reinigen. Das entsilberte Blei wird durch Raffiniren im Flammofen von seinem Zinkgehalt befreit. Die Entsilberung eines nicht zu reichen Bleies wird zwar auf diese Weise vollständig erreicht, es bleibt aber die unvollkommene Trennung des Bleies vom Zink eine Schattenseite dieser wohl kaum noch angewandten Methode, auch hängt die Vortheilhaftigkeit derselben noch von dem Preise des Zinks und davon ab, ob man das Chlorzink oder schwefelsaure Zinkoxyd gut verwerthen kann.[2])

Je inniger das Zink mit dem geschmolzenen Blei in Berührung gebracht wird, um so vollständiger findet die Entsilberung statt. Zur möglichst vollständigen Erreichung dieses Zweckes ist von KAST[3]) ein passender Apparat in Vorschlag gebracht.

Reicheres Blei lässt sich mit einem Male nicht vollständig entsilbern. Für ein solches dürfte sich vielleicht eine Combination von PARKES' und PATTINSON's Verfahren eignen. Mittelst des ersteren entzieht man dem Blei einen grossen Theil seines Silbergehaltes und pattinsonirt das silberarme Blei, wobei gleichzeitig eine Reinigung desselben eintritt.

[Ve]rgleichung [vo]n PARKES' [u]. PATTINSON's Verfahren.

Vergleichende Versuche mit der Entsilberung ein und desselben Werkbleies nach PATTINSON's und PARKES' Me-

1) DINGL. Bd. 119. S. 466. — Bgwfd. XV, 653.
2) Bgwfd. XIV, 563.
3) B. u. h. Ztg. 1853. S. 835.

›de sind noch wenig angestellt. Nach NEVIL[1]), welcher ide Methoden versucht hat, gibt PARKES' Verfahren ent-ieden eine beträchtlichere Menge Silber. Seinen Angaben folge beträgt der Verlust an Blei in seinen Hütten durch-mittlich 1% des angewandten Bleies, der Verlust an Zink von der dem Blei beigemengten Menge Zink. In der ütte von Llanelly, welche ehemals den Pattinson'schen ozess ausführte, sind die dabei angewandten 20 Kessel r die Entsilberung mittelst Zink durch 2 Kessel ersetzt.

Die Menge des zuzusetzenden Zinkes richtet sich nach m Gehalte des Bleies an Silber und fremden Beimengungen chwefel, Arsen, Antimon etc.), welche demnächst grössten-eils ins Zink gehen.

Der geringe Metallverlust, der bei diesem Verfahren tattfindet, gewährt den wesentlichen Vortheil, dass silberarme Verke, welche die Entsilberungskosten durch die Treib-nd Frischarbeit nicht mehr tragen, durch Zink noch mit Vortheil entsilbert werden können.

§. 61. Beispiele.

Englisches Verfahren.

1) Zu Carmartenshire in Süd-Wales ist dieses Verfahren vor längeren Jahren mit gutem Erfolge ausgeführt nd von GURLT[2]) und MONTEFIORE LEVY[3]) beschrieben orden. Nach letzterem kommen dabei folgende Operatio-en vor:

a) Schmelzen des silberhaltigen Bleies mit ink. Man schmilzt in einem grösseren, ungefähr 6 Ton-n (6000 Kilogr.) haltenden eisernen Kessel *a* (Taf. II. ig. 52) mit 2½ Centim. dicken Wänden das Werkblei ein. obald dies geschehen, trägt man das Zink in einen daneben egenden kleineren, mit einer Handhabe versehenen Kessel *b*, elcher durch die vom Bleikessel abgehende Flamme erhitzt ird. Nachdem auch das Zink eingeschmolzen, hebt man en Zinkkessel mittelst einer in die Handhabe gesteckten isenstange über den Bleikessel, kippt ihn um und lässt as Zink auf ein Mal ins Blei fliessen, worauf man den

---

1) ERDM., J. f. pr. Ch. LXII, 257.
2) B. u. h. Ztg. 1852. S. 1.
3) ERDM. J. f. pr. Chem. XXII, 257.

Zinkkessel wieder an seinen Platz bringt. Für Blei, welches in 1 Tonne 14 Unzen Silber enthält, genügt 1% Zink. Darauf rühren 4 Arbeiter beide Metalle mittelst einer gebogenen Stange 4—5 Minuten lang sorgfältig um. Dann lässt man das Ganze 5 Minuten ruhig stehen, worauf der auf der Oberfläche abgeschiedene runzlige Schaum mittelst grosser durchlöcherter Blechlöffel abgeschöpft wird.

b) Trennung des silberhaltigen Zinks von eingemengtem Blei. Der bleihaltige Zinkschaum wird in feuerfesten Retorten *c* (Taf. II. Fig 51) gelinde erhitzt, so dass der Schmelzpunct des Bleies nicht überschritten wird. Dabei saigert das Blei aus und sammelt sich in einem Bassin *d* an, während der silberhaltige Rückstand an der hintern Seite *e* ausgezogen wird.

c) Destillation des silberhaltigen Zinkes. Das silberhaltige Zink wird durch die Oeffnung *f* (Taf. II. 50 und 53) in Töpfe *g* gethan, welche halbkreisförmig um einen Rost *h* herumstehen. Die zur Entfernung des Rückstandes am Boden befindliche Oeffnung *i* ist während der Destillation mit einem Thonpfropfen verschlossen, sowie die Oeffnung *f* durch einen viereckigen Ziegelstein. Durch die Oeffnung *k* treten die Zinkdämpfe aus und verdichten sich in einer vorgesteckten Vorlage *t*. Das Zink dient wieder zur Entsilberung, die entzinkten Rückstände werden mit etwas Blei in gewöhnlicher Weise feingebrannt.

d) Reinigung des entsilberten Bleies. Zur Entfernung des im Blei zurückgebliebenen Zinkgehaltes wird ersteres in einem Reverberirofen mit niedriger Wölbung rasch bis zur Dunkelrothgluth bei verschlossenen Ofenthüren erhitzt, dann durch Oeffnen der Ofenthüren Luft zugelassen, die dadurch gebildete Kruste vom Metallbade von Zeit zu Zeit abgezogen und die Temperatur in einer solchen Höhe erhalten, dass das Zink sich oxydiren kann, das Blei aber nicht wesentlich oxydirt wird. Bleibt die Oberfläche glänzend, so wird das Blei in Formen gegossen. Dasselbe lässt hinsichtlich seiner Qualität nichts zu wünschen übrig.

Tarnowitz. 2) Zu Tarnowitz [1]) sind von LANGE Versuche mit

1) KARSTEN's Arch. 2 R. XXV, 192. — B. u. h. Ztg. 1852. S. 828.

3—4löthigen Werken angestellt, wobei verschiedene Methoden angewandt wurden, um das Zink mit dem Blei in innige Berührung zu bringen und beide möglichst vollständig zu trennen. Zur Entsilberung der Werke bis auf $^1/_{64}$ Loth waren für die Methode des Abhebens mindestens 1 Stunde Rührzeit und $1^1/_2$% Zink erforderlich, sowie bei einem Einsatze von 25 Ctr. Blei 4 Stunden Zeit zur Trennung des Zinks vom Blei. Die Uebertragung des Silbergehaltes vom Blei ans Zink erfolgte fast vollständig, dagegen fand ein nicht unbedeutender Zinkverlust in Folge der Oxydation desselben beim Umrühren statt, wobei eine starke Schaumbildung eintrat. Die Entsilberung des Zinks durch Destillation in Muffeln, wie sie bei der Zinkgewinnung angewandt werden, hatte keine Schwierigkeiten. Die Entsilberungskosten mittelst Zinks betrugen auf 100 Ctr. Werkblei 13 Thlr. 8 Sgr., die Kosten fürs Abtreiben einer gleichen Quantität Blei 40 Thlr. 13 Sgr.

II. Abtheilung.

Silbergewinnung auf nassem Wege.

§. 62. Allgemeines. Bei den hierher gehörigen, in der Praxis ausgeführten Prozessen wird das in Erzen oder Producten enthaltene Silber entweder: Theorie.

1) in Chlorsilber verwandelt und daraus das Silber mittelst Quecksilbers (Amalgamation) ausgezogen oder das Chlorsilber in Kochsalz gelöst und aus der Lösung durch Kupfer Cementsilber abgeschieden (AUGUSTIN's Kochsalzlaugerei) oder das Chlorsilber mittelst unterschwefligsauren Natrons zur Lösung gebracht und das Silber mittelst Schwefelnatriums als Schwefelsilber präcipitirt (PATERA's Methode); oder

2) als Silbervitriol in Lösung versetzt und aus dieser das Silber durch Kupfer metallisch ausgeschieden (ZIERVOGEL's Wasserlaugerei); oder

3) das silberhaltige Product mit verdünnter Schwefelsäure behandelt und aus dem silberhaltigen Rückstand das

Silber durch Verbleien oder auf nassem Wege (II. 430) gewonnen (Schwefelsäureextraction).

Die Auswahl des einen oder andern Prozesses richtet sich hauptsächlich nach der Zusammensetzung der zu behandelnden Substanzen, namentlich nach dem Vorhandensein von mehr oder weniger Pb, Sb, As und Zn in denselben.

ERSTER ABSCHNITT.

Silbergewinnung mittelst Quecksilbers (Amalgamation).

Geschichtliches.

§. 63. Allgemeines. Die Amalgamation [1]) beruht auf der Eigenschaft des Quecksilbers, mit Silber eine Legirung zu bilden, welche beim Erhitzen unter Verflüchtigung des Quecksilbers das Silber zurücklässt. Dieser Prozess wurde in der Mitte des 16. Jahrhunderts von BARTOLOMÉ DE MEDINA zuerst in Mexico wegen Mangels an Brennmaterial statt eines Schmelzprozesses eingeführt, wobei die chemischen Reactionen zwischen den in Haufen aufgestürzten Erzen und den beigemengten Zuschlägen ohne Anwendung höherer Temperaturen herbeigeführt werden (amerikanische Haufenamalgamation).

Im Jahre 1784 wurde dieser Prozess von BORN in Wien in kupfernen Kesseln, dann von GELLERT in feststehenden und zuletzt von RUPRECHT in um ihre Axe beweglichen Fässern zuerst in Freiberg ausgeführt (europäische Fässeramalgamation), indem man zur Beschleunigung des Prozesses theilweise höhere Temperaturen zur Anwendung brachte.

Theorie.

Bei beiden Amalgamir-Methoden verwandelt man das Silber in den Erzen zunächst in Chlorsilber (bei der europäischen Methode durch Rösten mit Kochsalz, bei der amerikanischen durch Behandlung mit bei gewöhnlicher Temperatur Chlor abgebenden Chloriden), zerlegt das Chlorsilber bei ersterer durch Eisen, bei letzterer direct durch Quecksilber, sammelt

1) KARSTEN, der Amalgamationsprozess. Dess. Arch. 2 R. I, 161.

dann das freigemachte Silber im Quecksilber an, glüht das Amalgam und feinirt das zurückbleibende Glühmetall.

Vergleichung der amerik. europ. Amalgamation.

Die europäische Amalgamation ist vollkommner, als die amerikanische, indem man das Silber weit rascher und vollständiger mit 8—12mal geringeren Quecksilberverlusten ausbringt; dennoch ist aber letztere Methode noch häufig in Amerika an Orten in Anwendung, wo es bei billigen Quecksilberpreisen an Brennmaterial fehlt, Kochsalz theuer ist und maschinelle Vorrichtungen schwierig zu beschaffen sind. Die klimatischen Verhältnisse unterstützen daselbst auch die chemischen Reactionen.

Combinat. b. der Method.

Zur Verminderung der Silberverluste, welche beim Rösten entstehen, hat man wohl eine **Combination der europäischen und amerikanischen Methode** in der Weise vorgenommen, dass man letzterer die Chloration in Haufen oder Fässern bei gewöhnlicher Temperatur, ersterer die Fässeramalgamation entlehnt hat. Kommt mit den Silbererzen viel Gold vor, so können, indem man die Röstung der Erze durch Anwendung zersetzender Zuschläge (Aetzkali, organischer Säuren etc.) umgeht, dieselben in gusseisernen **Amalgamirmühlen** oder Pfannen unter Anwendung von Wärme mit Vortheil behandelt werden [**Smith'scher Prozess**].[1])

Erster Theil.

Europäische Fässeramalgamation.

Vortheile u. Nachtheile der Amalg. mation.

§. 64. **Allgemeines.** Dieselbe[2]) gewährt im Vergleich mit der Verbleiung eine Ersparung an Brennmaterial, grössere Uebersichtlichkeit, rascheres und vollständigeres Silberausbringen und bei nicht zu hohen Quecksilberpreisen geringere Kosten. Dagegen erfordert die Amalgamation die Abwesenheit gewisser schädlicher Stoffe in den zu behandelnden Erzen und Producten, ist deshalb nicht einer so allgemeinen

1) B. u. h. Ztg. 1861. S. 207; 1862. S. 83.
2 Winkler, d. europäische Amalgamation d. Silbererze. Freibg. 1848.

Anwendung wie die Verbleiung fähig, und in den Erzen vorhandenes Kupfer und Gold etc. gehen zum Theil verloren, weshalb, wie neuerdings in Freiberg aus letzterem Grunde, die Amalgamation verbesserten Entsilberungsprozessen gewichen ist. Auch ist in neuerer Zeit die Amalgamation durch Prozesse verdrängt, welche entweder wegen Entbehrlichkeit des Quecksilbers billiger arbeiten (Ersetzung der Amalgamation der Kupfersteine im Mansfeld'schen und der Schwarzkupfer in Tajova resp. durch die Ziervogel- und Augustin'sche Silberextraction) oder ein vollständigeres Ausbringen an Silber und namentlich an Gold gewähren (Behandlung von Kupfersteinen und Schwarzkupfer mit verdünnter Schwefelsäure).

Nach RÖSZNER[1]) gibt das Gold beim Rösten gold- und silberhaltiger Erze Goldoxydnatron-Chlornatrium ($\dot{\bar{A}}u\ \dot{N}a + Na\ Cl$), welches sich nur wenig in Kochsalzlauge löst, etwas mehr bei Anwesenheit von Eisenchlorür, gar nicht bei solcher von basischem Eisenchlorid, auch nicht von Quecksilber zerlegt wird. WINKLER[2]) erhielt aus einem güldischen Silbererz, welches beim Verbleien in der Mark Feinsilber 0,4 Grän Gold gegeben, beim Amalgamiren nur 0,1625 Grän. Je mehr Silber das Freigold enthält, um so vollständiger wird die Goldextraction. So lieferte ein Erz mit 50% Silber im Freigold beim Schmelzen 0,028—0,035 Au, beim Amalgamiren nur 0,002 Au weniger.[3])

Nach JANIKOVITS[4]) entsteht beim Rösten güldischer Geschicke mit Kochsalz Goldchlorid, welches sich bei steigender Temperatur (200° C.) erst in Chlorür, dann bei 240° C. in metallisches Gold verwandelt.

Die Amalgamation wird für Erze, Leche, Speisen und Schwarzkupfer angewandt.

---

1) Oest. Ztschr. 1863. Nr. 25, 40. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 336.
2) WINKLER, c. l. S. 46.
3) B. u. h. Ztg. 1861. S. 208.
4) B. u. h. Ztg. 1861. S. 325.

Erstes Kapitel.

Amalgamation von Silbererzen.

§. 65. Allgemeines. Die Erze müssen möglichst frei von Blei, Wismuth, Kupfer, Gold, Nickel und Kobalt sein, weil die ersteren drei Metalle theils ins Amalgam und somit verloren gehen, theils ein zähes Amalgam bilden, welches sich von den Rückständen schwieriger sondert, so dass diese reicher ausfallen; ausserdem verbleiben die sämmtlichen Metalle grossentheils in den Rückständen und können nur durch Verschmelzen derselben zugutegebracht werden. Ein Blei- und Wismuthgehalt erschwert zudem die Röstung wegen Sinterknotenbildung, ein grösserer Gehalt an Antimon und Arsen erhöht die Silberverflüchtigung beim Rösten und in letzterer Beziehung wirkt besonders ein Zinkblendegehalt schädlich (I. 90, 93), welcher auch beim Rösten das Kochsalz weniger zerlegt.[1] Quarz, Schwerspath und Erdensilicate verhalten sich passiv; Kalk-, Braun- und Flussspath werden beim Rösten in schwefelsaure Salze verwandelt; kieselige und kalkige Erze zusammen gattirt geben bessere Resultate, als jede Sorte für sich. Thonige Erze lassen sich schwieriger amalgamiren.[2]

Anwendbarkeit.

Das geeignetste Material geben kiesige Dürrerze mit solchem Kiesgehalt, dass derselbe beim Rösten zur Zerlegung des Kochsalzes ausreicht, weil sonst taube Zuschläge von Kies, Rohstein oder Eisenvitriol gegeben werden müssen. Zu kiesreiche Erze müssen vorher soweit geröstet werden, dass nach der Rohsteinprobe (S. 64) der erforderliche Gehalt an Schwefeleisen vorhanden ist. Das Silber kann in gediegenem Zustande oder an Schwefel, weniger vortheilhaft an Antimon und Arsen etc. gebunden vorhanden sein. Erze mit grösserem Silbergehalt geben zu reiche Rückstände.

§. 66. Manipulationen und Apparate bei der Amalgamation. Es kommen nachstehende Arbeiten vor:

---

1) Freib. Jahrb. 1850. S. 140.

2) Einfluss der Gangarten auf die Amalgamation: Dingl. Bd. 115. S. 279.

I. Zerkleinern der Erze.

und der ..

Die zu Schlieg gezogenen Erze werden, wenn sie n nicht hinreichend fein sind, durch ein Cylindersieb 20 Oeffnungen pro Q. Z. geworfen, die Siebgröbe gemal und abermals gesiebt. [F.[1])]. Zu A. I. werden die I mehle in Posten von 350 Pfd. abgewogen, gemengt, ge tert, die Gröbe zerklopft und den betreffenden Posten di zugetheilt. Je feiner das Erz, um so schneller und v ständiger geht das Silber beim Rösten in Chorsilber übe

II. Beschicken der Erze.

hicken.

Auf einem Schichtsaal oberhalb des Röstofens wer quarzige, kalkige und thonige Erze in solchen Verhältnis lagenweise über einander ausgebreitet, dass die Beschick den passenden Silber- und Rohsteingehalt erhält. In wird 1 Lage trocken gepochtes oder auch vorgeröstetes zu unterst ausgebreitet, darauf kommt eine Lage nass bereitetes Erz und zu oberst eine Lage Kochsalz (10—1? Diese 3 Lagen bilden einen Aufzug zu 150 Ctr., deren 4—8 darauf kommen, worauf man die Masse mit Scha mengt, durch ein grobes Sieb mit Pendelbewegung sieb Gröbe zerklopft und wieder siebt und das Ganze in I theilt, welche bei reicher Bechickung im Centner 2 Pfdthl. Silber und 22—24 Pfd. Rohstein, bei armer 10 Pfdthl. Silber und 24—26 Pfd. Rohstein enthalte A. I. macht man aus den gattirten Erzen Schich 24 Stunden, beschickt dieselben mit 16% Sudsalz bis 28% Graupenmehlen und mengt das Ganze.

III. Rösten der Erze.

rführen.

Die Beschickung wird in Posten von etwa 5 Ct eine Oeffnung im Gewölbe auf den Herd des Röst bracht und hier zunächst unter stetem Umrühren Krähl (Bd. I. Taf. 16. Fig. 416) bei Dunkelrot lange getrocknet, bis das Kochsalz aufhört zu dann zieht man das Erz mitten auf dem Herde von der Feuerbrücke nach dem Fuchs gehen

1) F. bedeutet Freiberg und A. I. bedeutet Arany-Id

zusammen, zerklopft die Klümper mit einem Hammer (Bd. I. Taf. 16. Fig. 417), breitet die Beschickung wieder gleichförmig über den Herd aus und bringt die Post unter Verstärkung des Feuers und stetem Durchkrählen und Wenden zum Glühen (das Anfeuern, Anrösten), wobei weisse Dämpfe von Wasser, Schwefel, schwefliger, arseniger und antimoniger Säure entweichen.

Anrösten.

Hierauf mässigt man, etwa 2 Stunden nach dem Einbringen der Post, die Temperatur wieder unter stetem Krählen und Wenden und verwandelt während etwa 2 Stunden (Abschwefelungs- oder Oxydationsperiode) die Schwefel-, Antimon- und Arsenmetalle meist in Salze, zum geringen Theil in freie Oxyde, wobei dann schon erstere aufs Kochsalz zerlegend einzuwirken beginnen. Die Periode ist zu Ende, wenn das Röstgut dunkel geworden und die Entwicklung der schwefligen Säure abnimmt. Es folgt jetzt unter Erhöhung der Temperatur das Gut- oder Gaarrösten, die Bildung von Chlormetallen durch Einwirkung der schwefelsauren Salze und des dampfförmigen Kochsalzes. Nach etwa 3/4 Stunden, wenn die Entwicklung der Gase und Dämpfe (schweflige Säure, Schwefelsäure, Chlorgas, Salzsäure, Chlorschwefel, Chlorantimon, Chloreisen, Eisenchlorid etc.) nachgelassen hat, das Röstgut wollig geworden und eine Extractionsprobe mit Kochsalzlauge und das Ansieden des Rückstands (S. 19) diesen hinreichend silberarm ergeben hat, zieht man die Röstpost aus, also etwa nach 4,5—5 Stunden. Von den chemischen Vorgängen beim Rösten war Bd. I. S. 45 u. 64 ausführlich die Rede.

Abschwefeln.

Gaarrösten.

Das Rösten geschieht entweder in ungarischen oder Kramer'schen Röstöfen mit Flugstaubkammern (Freiberg; Bd. I. Taf. X. Fig. 238, S. 515) oder auch in doppelherdigen Oefen wie zu A. I. (Taf. II. Fig. 54, 55). *a* unterer Herd. *b* oberer Herd. *c* Trockenraum für den Schlamm. *d* Flugstaubkammer. *e* gemeinschaftlicher Schornstein für 2 neben einander liegende Oefen.

Röstöfen.

Während hier einherdige Oefen für 100 Ctr. Erz 2,42 Cbklftr. Rösteholz erfordern und in 24 Stunden 14 Ctr. verröstet werden, so stellen sich diese Zahlen bei Doppelöfen auf resp. 1,35 Cbklftr. und 21 Ctr. Bei einem

einförmigen Ofen sind in einer 12stündigen Schicht 2, bei einem Doppelofen 3 Arbeiter vorhanden.

Eine Röstpost besteht zu A. I. aus 3½ Ctr. roher Beschickung, 28% Graupenmehlen und 16% Kochsalz. Die Post wird auf dem oberen Herd getrocknet, dann auf den untern Herd gezogen, wo nach etwa ¾ Stunden die Anfeuerungsperiode vollendet ist. Die Abschwefelungsperiode (Rohrösten) dauert etwa 2½, das Gutrösten ¾ Stunden, somit also die ganze Röstzeit etwa 4 Stunden, so dass man in 24 Stunden 21 Ctr. Silbererzmehle abröstet.

Der beim Rösten erfolgende Flugstaub mit variablem Silbergehalt kommt wieder zur Beschickung, das Röstgut auf den Durchwurf (Rätter, Sauber).

Zu Huelgoat (§. 67. 3) hat man bei brom- und chlorsilberhaltigen Erzen die Chloration auf nassem Wege mittelst Eisen- und Kupferchlorides bewerkstelligt. Von Markus[1]) ist eine solche in rotirenden Fässern versucht. Hieraus sind zum Theil Combinationen der amerikanischen und europäischen Amalgamation entsprungen.

[...]ubereitung [...] Röstgutes.

IV. Durchwerfen (Säubern in Ungarn), Sieben und Mahlen des Röstgutes.

Das Röstgut wird entweder auf einen Rätter mit Messingdrahtsieben mit 20 Oeffnungen pro Q. Z. gethan, das Siebfeine direct verquickt und die Gröbe zwischen Steinen von 3 Fss. Durchmesser (Läufer von 18 Z. und Bodenstein von 12 Z. Höhe bei 120 Umdrehungen des ersteren pro Min.) gemahlen (Arany-Idka) oder man bringt, wie früher in Freiberg, das Röstmehl auf einen Durchwurf und erhält:

a) Röstgröbe, wird nach gehörigem Ausklauben der Unreinigkeiten mit der Siebgröbe weiter verarbeitet.

b) Durchwurffeines, wird durch Cylindersiebe[2]) mit 20 Oeffnungen pro Quadratzoll geworfen. Hierbei resultirt:

α) Siebmehl, kommt zum Mahlen, wobei erhalten wird:

αα) Mehl, zum Anquicken.

1) Oest. Ztschr. 1854. S. 131; 1856. S. 266; 1858. S. 79.
2) Plattner's Röstprozesse. 1856. S. 38.

ββ) Schrot (Grobes), wird wieder auf die Mühle gebracht.

β) Siebgrobes, wird auf der Mühle nebst der Röstgröbe geschroten, dann mit 2% Kochsalz beschickt und mit dem übrigen Röstmehl weiter verarbeitet.

V. Das Anquicken.

Anquicken.

Hierzu dienen eichene oder tannene, innen wohl mit Holzpflöcken versehene oder zur grössern Haltbarkeit innen mit Nägeln beschlagene Fässer (Bd. I. S. 565. Taf. XIII. Fig. 341) von etwa 50 Z. Länge und 40 Z. Weite bei 3—4 Z. Daubenstärke, mit eisernen Reifen umbunden und mit 1½ Z. dicken Böden versehen, welche an einem eisernen Kreuze einen 3 Z. starken Zapfen besitzen. Ausser einem etwa 5 Z. weiten Spundloche zur Füllung und Leerung, mit einem leinenumwickelten Holzspund verschliessbar, befindet sich an der entgegengesetzten Seite eine ¾zöllige, mit einem eisernen Zapfen zu schliessende Oeffnung zur Ausleerung des Quecksilbers. Die mit einem gezahnten Ring versehenen Fässer liegen in 2 Reihen neben einander und es werden immer je 2 durch ein Kammrad der Wasserradwelle in Umtrieb gesetzt. Jedes Fass kann mittelst einer Ein- und Ausrückvorrichtung einzeln in Bewegung gesetzt oder arretirt werden. Die ganze Verquickungsvorrichtung befindet sich auf einer etwa 1½ Fss. hohen Bühne im Quicksaal, in welcher die Rinne zur Ableitung der Rückstände vorgerichtet ist. Aus dieser gelangen dieselben durch ein Eisengatter (zur Zurückhaltung der Eisenstücke) in eine stehende Lutte und durch diese in einen Waschbottich von 6 Fss. Weite und 5 Fss. Höhe mit einem Rechen zur Abscheidung von in den Rückständen noch enthaltenen Amalgamtheilen. Zur Aufnahme der davon abgelassenen Trübe dient ein Bassin mit 2 Abtheilungen, aus welchem die (nach etwa 5 Stunden) geklärte Flüssigkeit behuf Darstellung von Quicksalz in eine Abdampfpfanne gepumpt und wo sie, bis zu 25° B. concentrirt, dann zur Krystallisation hingestellt wird.

Die Dampfquickfässer (Taf. II. Fig 57, 58) von Veatsch[1]), welche feststehen und in denen Eisen- oder

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 107.

Kupferplatten mittelst einer stehenden Welle an Armen bewegt werden, erfordern wenig Kraft, sowie wenig Raum und ein Fass verarbeitet so viel, als 6 horizontale Fässer von 1000 Pfd. Füllung. *a* hölzernes Fass mit gusseisernem Boden *b*. *c* runde Vertiefungen mit einem Absatz zur Aufnahme des durchlochten Deckels *c'*. *d* Oeffnung zum Einströmen des Dampfes. *d'* Löcher für die Schrauben *e* zur Befestigung des blechernen Deckels *e'*, mit feinen Löchern zum Eindringen des Dampfes ins Fass versehen. *g* Welle mit Armen *g'* zur Aufnahme der Eisen- oder Kupferplatten *h* und mit Rührern *i'* versehen. *i* Hängezapfen. *m* Holzlutte, in einen Condensationskasten mündend, um das mitgeführte Quecksilber abzusetzen. *f* Dampfrohr. *o* Spundloch zum Ablassen der Trübe und *o'* zum Ablassen des Quecksilbers.

Das Anquicken zerfällt in folgende 3 Perioden:

[Qu]ickbreibildung.

1) Die Quickbreibildung. Man gibt in jedes Fass zuerst 1 Ctr. Eisenstücke oder Kugeln, dann etwa 3 Ctr., — zu Arany-Idka in einer cylindrischen gusseisernen Pfanne auf 20° C. gewärmtes — Wasser und mittelst eines hölzernen Trichters 10—14 Ctr. Mühlmehl ein. Auch geschieht das Einlassen des Mehls wohl aus einem Füllkasten durch eine Lutte, welche mit einem Zwillichsack und daran mit einem Blechrohr versehen ist, welches ins Spundloch passt (Bd. I. Taf. XIII. Fig. 341). Nach dem Schliessen des Spundes lässt man die Fässer 2 Stunden lang langsam (10—12mal pro Min.) sich umdrehen, um eine gleichartige Masse zu erhalten.

Dabei lösen sich zunächst im Erze enthaltenes Chlornatrium, schwefelsaures Natron und die Chloride von Eisen, Kupfer, Blei, Antimon und Gold, während durch das Chlornatrium Chlorsilber in Lösung gebracht und die schwefelsauren Salze von Kupfer und Blei auch bei einer gewissen Temperatur in Chlormetalle umgewandelt werden. Eisen- und Kupferchlorid vermögen metallisches Silber in Chlorsilber umzuwandeln.

Unter Wärmeentwicklung wandelt das metallische Eisen die Chloride theils in Chlorüre um (z. B. Eisenchlorid) und verhütet dadurch eine demnächstige mit Quecksilberverlusten verbundene Bildung von Calomel, theils scheidet dasselbe

aus den Chloriden Metalle (Silber, Gold, Kupfer, Antimon, Blei etc.) ab, welche dann vom Quecksilber aufgenommen werden und dasselbe theilweise verunreinigen. Manganchlorür, Chlorzink, Chlornickel, Chlorkobalt werden nicht verändert und können letztere demnächst aus der Amalgamirlauge durch Kalk ausgefällt werden. Von einem Goldgehalt im Erze gewinnt man gewöhnlich nur die Hälfte (S. 228). Finden sich viel fremde Chloride im Röstgute, z. B. in Folge zu niedriger Rösttemperatur, so setzt man demselben etwas Kalk zu, um die Chloride zu zerlegen. Bei kupferreicheren Erzen wendet man statt metallischen Eisens Kupfer an, weil ersteres die Bildung eines kupferreichen Amalgames veranlasst [Mexico].[1])

Hat der Quickbrei nach 2 Stunden eine honigartige Consistenz erhalten und fliesst eine genommene Probe nicht zu schnell von einem Stabe herab, so arretirt man die Fässer und untersucht den Quickbrei durch den geöffneten Spund, wobei man sich seltener durch Zusetzen von Mehlen, als von Wasser hilft. Ist die Consistenz die richtige, so folgt

2) die eigentliche Amalgamation, indem man 3–5 Ctr. Quecksilber durch einen Trichter in jedes Fass einfliessen und dasselbe 18–22 Umdrehungen pro Min. machen lässt. Durch den mittelst Eisens und Quecksilbers angeregten, mit einer Wärmeentwicklung bis zu etwa 28 bis 30° R. verbundenen galvanischen Prozess (I. 55) wird die Zersetzung der durch Eisen fällbaren Metalle vollendet, namentlich Chlorsilber zerlegt. Nachdem nach 4—5 Stunden nöthigenfalls noch Wasser zugegeben, unterbricht man den Prozess nach 18—20 Stunden, nimmt eine Schöpfprobe mit einem Tiegel (Taf. II. Fig. 62) von mehreren Seiten weg, verwäscht die Probe in einer Schüssel mittelst der Hand, giesst die Trübe in eine zweite Schüssel ab, lässt den Rückstand sich setzen und probirt ihn auf Silber, nachdem er getrocknet. Zu Arany-Idka wird ein Gehalt von 0,004 Münzpfd. Silber als aus den Rückständen unausbringbar betrachtet. Bemerkt man zerschlagenes Quecksilber von graulich schwarzer Farbe, so gibt man mehr Eisen ins Fass, dagegen ver-

Amalgamation.

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 487.

mehrt man die Geschwindigkeit der Fässer, wenn sich d
Quecksilber als weisser Schaum zeigt.

bscheidung Amalgams.

3) Absonderung des Amalgams von den Rück ständen. Die bis zu $^2/_3$ ihres Inhaltes angefüllten Fäss werden völlig mit Wasser gefüllt und zur Verdünnung d Breies $1^1/_2$—2 Stunden langsam (8—9mal pro Min.) rotir gelassen. Dann dreht man das ausgehängte Fass so, dass d kleine mit einem Eisenzapfen verschlossene Spundloch na unten kommt, worauf man dasselbe öffnet, das Amalgam ein Gefäss (Taf. II. Fig. 61) ablässt und den Spund schn schliesst, sobald Rückstände ausfliessen (Arany-Idka). I Freiberg geschah das Abzapfen des Amalgams früher a die Weise, dass man in eine Oeffnung des grossen Spund einen Hahn einsteckte, welcher mit einem durch ei Schraube verschliessbaren Lederschlauch versehen war. Ma liess durch den geöffneten Schlauch das Amalgam in ein mit einem Reservoir communicirende Trichterröhre ab un schloss denselben mittelst der Schraube, so bald man fühlt dass Rückstände kamen.

Nach dem Abzapfen des Amalgams öffnet man de grossen Spund, dreht denselben nach unten, lässt die Rück stände zum grössten Theil in eine Rinne und von da i den Waschbottich fliessen, fügt etwas Wasser nach, verdeck die Spundöffnung mit einem Sieb und lässt das Letzte, noc Amalgamhaltige durch dasselbe in ein untergesetztes Wasch gefäss fliessen, wobei das Eisen auf dem Siebe zurückbleib

nutzung der Rückstände.

VI. Weitere Behandlung der Rückstände.

Die Trübe gelangt aus den Fässern in einen grosse Waschbottich und von da fliessen die Laugen in ein Bassi ab. Während dessen bringt man in ersterem den Rechen i Bewegung, wo sich dann noch rückständiges Amalgam i beiden Behältern absetzt. Alle 6 oder 13 Wochen wir der Rückstand vom Verwaschen (Waschbottichamalgam herausgenommen, die geklärte Lauge, bis 20° B. concentrir bei der Verquickung abermals angewärmt, dann auf 25° I concentrirt und Glaubersalz aus derselben auskrystall

sirt (Arany-Idka). Gold- und silberhaltige Rückstände werden noch Schmelzprozessen übergeben.[1])

VII. Weitere Behandlung des Amalgams.

Verarbeitung des Amalgams

Dasselbe erfordert nachstehende Arbeiten:

Verwaschen.

1) Verwaschen des Amalgams. Dasselbe wird entweder auf Verwaschschüsseln (Taf. II. Fig. 60) gereinigt (Arany-Idka) oder in ein über einem Trichter stehendes Holzfässchen gethan, aus welchem Waschwasser und Rückstände überfliessen, sobald dasselbe mit Amalgam völlig gefüllt ist; dann wird letzteres noch in halbkugelförmigen steinernen Trögen verwaschen.

Pressen.

2) Filtriren oder Pressen des Amalgams. Zur Abscheidung des überschüssigen Quecksilbers vom Amalgam lässt man dasselbe entweder

a) durch einen Zwilligbeutel laufen, welcher am Ende der in die Quecksilberkammer führenden Rinne befestigt ist. Läuft von selbst kein Quecksilber mehr durch, so vollendet man das Pressen durch Drehen des Beutels mit den Händen (ältestes Freiberger Verfahren). Eine vollkommnere Trennung hat man dadurch erreicht, dass man das Amalgam eine Zeitlang in einer etwa 8 Fuss hohen engen hölzernen Lutte stehen lässt, wobei das Amalgam nach oben, das Quecksilber nach unten geht, dann Alles in Zwilligbeutel gelangen lässt; oder

b) das Amalgam gelangt in eine Pressmaschine, aus einem hölzernen cylindrischen Gehäuse bestehend, in welches ein hohler Cylinder von durchlöchertem Blech eingepasst ist. In diesen wird das Amalgam in einem doppelten Stück von Barchent gethan und dieses mittelst einer Schraube zusammengepresst (Arany-Idka).

Zu Poullaouen geschieht das Pressen mittelst hydraulischen Druckes in einem eisernen Cylinder, dessen Boden ein Stöpsel von Buchenholz bildet, durch welchen das Quecksilber hindurch getrieben wird.

---

1) Gold- und Silbergehalt der Freiberger Amalgamirrückstände: B. u. h. Ztg. 1848. S. 628, 649. -- Zusammensetzung derselben, Erdm. J. XIX, 118. — Verschmelzen derselben, Freib. Jahrb. 1848. S. 78, 80. -- B. u. h. Ztg. 1849. S. 180.

Wird bleihaltiges Silberamalgam [1]) bei einer Te
von 80—100° C. filtrirt, so geht das Bleiamalgam ins
silber über, während das Silberamalgam im Beutel
bleibt. Nach dem Erkalten gepresst, bleibt das Bleia
zurück und nur das Quecksilber geht durch den Be

Ausglühen. 3) Ausglühen des Amalgams. Zur Verflüc
des Quecksilbers wird das feste Amalgam ausgeglüht
das Silber mehr oder weniger rein (das Waschb
metall ist am unreinsten) mit Blumenkohl ähnliche
wüchsen (Tellersilber, Tellermetall, Ausglüh
Ausglühmetall) zurückbleibt. VIOLETTE [2]) empfieh
hitzten Wasserdampf zur Verflüchtigung des Queck
Folgende Methoden des Ausglühens sind angewandt:

a) Das Ausglühen unter der Glocke.[3])
ist das ältere Verfahren. Die an der Stange *d* befin
Teller *c* (Taf. II. Fig. 56) werden mit Amalgam
Die ganze Vorrichtung steht in einem eisernen, mit
hölzernen Kasten umgebenen Fasse *e*, welche beiden
durch fliessendes Wasser stets voll erhalten werden.
dieser Vorrichtung, die Teller hermetisch abschliessen
eine gusseiserne Glocke *a*, welche den von Mauerw
bildeten Ofenschacht *b* nicht vollständig ausfüllt.
ist an der Vorderseite offen und mit einer Thür vers
bar. Soll der Prozess beginnen, so legt man üb
Wasserkästen einen eisernen Ring, schliesst die O
und füllt den Schacht mit glühenden Kohlen, wo
Temperatur weder zu hoch noch zu niedrig sein d
Anfang schwächer als zuletzt. Nach 8 Stunden läs
die mit 3—4 Ctr. Amalgam gefüllte Vorrichtung e
und erhält dann folgende Producte:

α) Wasser. Das Wasser aus dem hölzernen
wird abgezapft, das aus dem eisernen aber behutsam
schöpft und der letzte Rest mittelst eines Schwamme
gesogen. Alles Wasser lässt man durch Sümpfe geh

β) Quecksilber wird aus dem eisernen Fass ge
und abermals zum Anquicken verwandt.

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 7.
2) B. u. h. Ztg. 1851. S. 49.
3) B. u. h. Ztg. 1863. S. 81.

γ) Tellersilber. Wird eingeschmolzen und gereinigt. Das Ausglühen in Glocken gestattet zwar hermetischen Verschluss, erfordert aber viel Zeit und Brennmaterial, ohne dass die Abscheidung des Quecksilbers vollkommen geschieht. Durch öfteres Springen der Glocken entsteht leicht Quecksilberverlust und man hat kein anderes Kennzeichen für die beendigte Operation, als die Erfahrung.

b) Das Ausglühen in Retorten. Dieses Verfahren[1]), zuerst von LAMPADIUS versucht, hat die erstere Methode gegenwärtig fast ganz verdrängt, indem sie weniger Brennmaterialaufgang, einen geringeren Quecksilberverlust und eine bessere Leitung der Operation gestattet. In Freiberg wurden in eine über einer Feuerung liegende elliptische Röhre von hinten 4 gusseiserne Pfännchen mit je 1 Ctr. Amalgam eingeschoben, die Retorte geschlossen und erhitzt, wo dann die Quecksilberdämpfe sich in dem verlängerten und abgekühlten Retortenhals verdichteten.

Zu Arany-Idka liegt über dem Rost *a* (Taf. II. Fig. 59) eines Windofens eine aus 2 Theilen bestehende Retorte, einem Tiegel *b* von 11 Z. Tiefe und 22 Weite an der Mündung und einem Helm *c* von 14 Z. Höhe, welcher an ersterem angeschroben werden kann. Der Hals *d* der Retorte steht mittelst der Leitungsröhre *g* mit einem Kühlapparat *e* in Verbindung, so dass das condensirte Quecksilber in *f* tröpfelt. In die Mitte des Tiegels wird eine vertikal stehende und am Boden genau anpassende Schaufel von Schmiedeeisen (Theiler) derart fest eingesetzt, dass beim Zusammensintern des Glühsilbers die eine Hälfte desselben auf einer Seite und die zweite auf der andern Seite des Theilers hängen bleibt und mit diesem nach Abkühlung der Masse aus dem Tiegel auf einmal herausgezogen werden kann. Der Tiegel sowohl, als der untere schaufelartige Theil des Theilers wird mit Kalkbrei überzogen. Man setzt etwa 4 Ctr. Amalgam auf einmal ein, feuert anfangs behutsam, damit sich kein feiner Quecksilberschaum erzeugt und möglichst wenig Silber mit übergerissen wird und verstärkt das

[1]) Freib. Jahrb. 1841. S. 108; 1842. S. 106; 1846. S. 113; 1847. S. 62. — LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 88.

Feuer erst, wenn das Quecksilber mit schwachem Rauschen überdestillirt wird. Zuletzt gibt man Rothglühhitze. Das Ausglühen dauert 5 Stunden bei einem Verbrauch von 1,29 Mss. Kohlen auf 1 Ctr. ausgeglühtes Silber.

Durch Steigerung der Temperatur nach dem Ausglühen schmilzt man zuweilen das Glühsilber gleich in der Retorte ein.

Feinschmelzen.

4) Feinschmelzen des Ausglühmetalles. Dieses wird durch Feinschmelzen in Tiegeln (S. 217) ganz gefeint oder mit einem grössern oder minderen Kupfergehalt abgegeben.

§. 67. Beispiele.

Freiberg.

1) In Freiberg[1]) wurden früher reichere Erze mit 24—26 Pfdthln. und ärmere mit 9—10 Pfdthln. Ag, welche ausser eigentlichen Silbererzen auch andere silberhaltige Erze (Schwefelkies, Arsenkies, Kupferkies, Bleiglanz, Zinkblende, Fahlerz etc.), sowie erdige und metalloxydhaltige Gemengtheile enthalten, mit Kochsalz beschickt (S. 230) und in Posten von 5 Ctr. in 4,8 Stunden mit 2,4—2,5 Ctr. Steinkohlen abgeröstet (S. 231). Dann folgte das Durchwerfen (S. 232), Verquicken pro Fass von 10 Ctr. Mehl mit 3 Ctr. Wasser, 100—110 Pfd. Stabeisen und 5 Ctr. Quecksilber während 24 Stunden (S. 233), worauf das Amalgam gepresst (S. 236), in Retorten geglüht (S. 239) und das Glühsilber in eisernen Tiegeln (S. 220) geschmolzen wurde. Der Silberverlust betrug 3—4½% bei ¼—½ löthigen Rückständen, der Quecksilberverlust auf 1 Ctr. Erz 1,41 Loth.

Die Betriebsergebnisse des Amalgamirwerkes in den J. 1852 und 1853 waren folgende:

1) Winkler c. l. — Plattner's Röstprozesse. 1856. S. 301.

Jahr	Ueber 1 täglichen Röstofen wird verröstet	Der Ctr. Erz und Zuschlagerz enthielt Silber	Im Einkaufe kostet 1 Ctr. Erz	Desgl. 1 Pfd. Silber	Auf 100 Ctr. Erz wurden verbraucht: Holzkohlen	Schieferkohlen.	Waschkohlen	Cokslösch	Sinter	Torf	Kochsalz	Quecksilber	Eisenplatten	Schwefelsäure	Auf 1 Ctr. Erz kommen für: Zuschläge	Brennmaterial	Arbeitslohn
	Ctr.	Pfdthl.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Körbe	Ctr.	Ctr.		Scheffel	Körbe	Ctr.	Pfd.	Ctr.	Pfd.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.
1852	26,26	16,26	3 12 2,74	21 3 —	0,01	58,4	—	1,11	5,97	0,34	10,92	2,30	0,62	0,008	— 5 4,47	— 5 0,79	— 5 6,90
1853	21,42	16,57	3 15 8	21 8 6	0,03	66,6	—	1,49	8,23	0,34	11,52	2,73	0,88	0,04	— 5 8,19	— 5 9,20	— 6 3,95

Jahr	Aufwand für: Administrationskosten	Allgem. Betriebskosten	Unterhaltungskosten	Insgemein	Handelskosten	Summa	Metallausbringen	Werth des erlangten Metalls pro Pfd. Silber	Silberverlust	Verlust pro Ctr. Erz an Silber	Auf 1 Ctr. Erz berechnen sich: Metallwerth	Nebeneinnahmen	Gesammteinnahme	Hiergegen Gesammt-Aufwand
	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	pCt.	Thlr. Sgr. Pf.	pCt.	Sgr Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.	Thlr. Sgr. Pf.
1852	— 1 0,84	— 1 8,92	— — 7,27	— — 0,27	— — 0,04	— 20 8,45	96,94	29 23 9,93	3,06	4 4,4	4 21 0,4	— — 4,6	4 21 5,7	4 9 —
1853	— 1 1,91	— 2 1,40	— 3 1,97	— 1 0,53	— — 0,02	— 25 7,21	98,31	29 24 —	1,69	2 5,0	4 25 6,91	— — 0,1	4 25 7,0	— — —

Arany-Idka.

2) Zu Arany-Idka[1]) in Ungarn werden Erze mi[t] durchschnittlich 0,35—0,45 Mzpfd. Ag, 0,00022 bis 0,0002[...] Münzpfund Au, 1—2 Münzpfund. Cu, 1,5—3 Mzpfd. Pb[,] 0,3—0,5 Mzpfd. Zn und 10—14 Mzpfd. Sb mit Kochsal[z] beschickt (S. 230), geröstet (S. 231), durchgeworfen (S. 232[)] verquickt (S. 234), das Amalgam gepresst (S. 237), geglüh[t] (S. 239) und das Glühsilber geschmolzen (S. 221).

Im Jahre 1861 sind 21,000 Ctr. Mehle mit 2624,406 Münzpfd. Ag verarbeitet. Die Röstkosten betrugen b[ei] 2055 zwölfstündigen Schichten und 4 doppelherdigen Rös[t]öfen 11,006 Guld., für Säubern (S. 232) 978 Guld., wob[ei] in 1 Stunde 8—9 Ctr. bei 20—28% Graupenabfall ve[r]arbeitet werden. Die Kosten beim Verquicken betrugen [...] 4772 Guld., wobei in 1751 Fässern und 291 [...] 317 Ctr. 70 Mzpfd. Amalgam mit 2632,4220 [...] erhalten wurden. Das ausgepresste Amalgam [...] bis 86 Hg, 9—10 Ag und 6—4% Cu, Fe, Sb, [...] Quantität Amalgam gab beim Ausglühen 43 Ct[r] [...] Ag und 270 Ctr. 77¾ Pfd. Hg, und es betrug [...] silberverlust 0,95%. Beim Umschmelzen von [...] Mzpfd. Glühsilber erfolgten 4286,8223 Mzpfd. R[...] 2632,9762 Mzpfd. Ag. — Die Gesammtkosten be[...] pro 1861 auf 24,563 Guld. 24 Kr., oder auf 1 [...] beitetes Erzmehl 1 Guld. 16 Kr. und auf 1 Mzp[...] tes Ag 9 Guld. 33,87 Kr. Auf 100 Ctr. Erzmehl [...] und zu verquicken verbrauchte man an 1½ schu[...] steholz 23,25 Cbfss., auf 21000 Ctr. Mehl 6204 C[...] silber, wovon auf 1 Ctr. Mehl 0,45 Lth. oder au[f] [...] Ag 3,63 Lth. verloren gingen. An Eisen consu[...] auf 1 Ctr. Mehl 2,93 Lth. und auf 1 Mzpfd. Ag [...] an Kochsalz auf das Erzmehl 16% bei 15—18° [...] halt. Beim Steigen des letzteren lässt sich der K[...] satz vermindern, indem wegen vermehrter Schwe[...] dung eine vollständigere Ausscheidung des Chlo[...] Es empfiehlt sich, [...] die bei Rösthitze mögliche [...]

1) Winkler e. [...] V, 385. [...] pr. Chem. [...] r. 1839. [...] schriftliche [...] nmeiste[...]

von Silbersilicaten zu vermeiden und das Silber möglichst in Chlorsilber umzuwandeln, ein Ueberschuss von Kochsalz, durch welchen z. B. in den Jahren 1860 und 1861 der Silbergehalt der Rückstände bis auf 0,004 Mzpfd. herabgebracht ist.

Neuerdings ist statt der Amalgamation ROESZNER's Silber- und Goldextractionsmethode[1]) mit chlorhaltiger Kochsalzlauge versucht.

Huelgoat.

3) Zu Huelgoat wurden früher die eisenschüssigen Erden von Huelgoat mit gediegen Silber, Chlor- und Bromsilber, ohne Schwefelsilber, nach JUNKER's Verfahren[2]) auf nassem Wege durch Digestion mit Magistral (Eisen- und Kupfervitriol) und Seesalz nach dem amerikanischen Verfahren chlorirt, dann nach europäischer Methode mit Quecksilber und Eisen in Fässern behandelt, wobei zwar eine sehr vollkommene Entsilberung, aber ein grosser Quecksilberverlust durch Calomelbildung eintrat. Als sich später die Zusammensetzung der Erze änderte und reichere Rückstände entstanden, wurde statt der Chloration auf nassem Wege die Röstung mit Kochsalz eingeführt, also das reine europäische System[3]) angewandt.

Schlämme mit 25—100 Gramm Ag in 100 Kil. werden hierbei getrocknet, gemahlen, mit 5% Seesalz 4 Stunden lang in einem einherdigen Ofen (Taf. II. Fig. 63, 64) geröstet, 4 Stunden mit Eisen behandelt, dann 24 Stunden lang verquickt bei einer Tonnenladung von 370 Kil. Schlamm und Seesalz, 30 Kil. Quecksilber und 40 Kil. Eisen, vom Amalgam das überschüssige Quecksilber durch die Poren eines Holzpflockes gepresst (S. 237) und das feste Amalgam in einer gusseisernen Retorte mit Helm und durch Traufregen abgekühltem Verlängerungsrohr geglüht, wobei Glühsilber mit 30% Silber, ausserdem etwas Cu, Fe, Zn und Hg erfolgt. Silbergehalt in 100 Kil. Abgängen 5 Gramm, Quecksilberverlust auf 100 Kil. Schlamm 50 Gramm.

---

1) Oestr. Zeitschr. 1863. Nr. 40. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 428.

2) WINKLER c. l. 1848. S. 20. — B. u. h. Ztg. 1843. S. 561. — Bgwfd. I. 233; II, 451, — RIVOT, Traité de métallurgie, 1860. II. p. 670. B. u. h. Ztg. 1856. S. 73. MALAGUTI u. DUROCHER, Vorkommen und Gewinnung des Silbers. Deutsch v. HARTMANN. 1851. S. 232.

3) RIVOT, c. l. p. 652, 676. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 351.

Joachimsthal.

4) Zu Joachimsthal (II. 159) hat die Amalgamation Kobalt, Nickel, Arsen, Antimon und Zink enthaltender Silbererze vor der ältern Verbleiung ökonomische Vortheile ergeben, ist aber der Patera'schen Silberextractionsmethode mit unterschwefligsaurem Natron gewichen. VOGL[1]) hat nachzuweisen versucht, dass die Amalgamation, und noch mehr die Augustin'sche Kochsalzlaugerei für die Joachimsthaler Erze vortheilhafter sei, als der Prozess von PATERA, was PATERA[2]) in Abrede nimmt.

Bodenmais.

5) Zu Bodenmais[3]) stellten FUCHS und SCHAFHÄUTL viele Versuche an, die dasigen gold- und silberhaltigen Kiese durch Amalgamation zu entsilbern.

Mexico.

6) Zu Arivaca[4]) in Mexico werden silberhaltige Kupfererze mit 25—30% Ag und 15—70% Kupfer unter 3—5% Kalkzuschlag — zur Vermeidung der Kupferchloridbildung — mit Kochsalz geröstet, dann in Fässern erst mit Wasser und Kupfer, dann mit Quecksilber behandelt. Man hat auf die Mark Ag 3¾—4 Unzen Quecksilberverlust. Der Silberverlust beträgt beim Rösten bis 15%.

Amalgamation mit Dampfquickfass.

7) Bei Anwendung von VEATSCH's Dampfquickfass (S. 233) wird das mit Wasser angefeuchtete Erz (800 bis 1000 Pfund) bis zu ⅔ der Fasshöhe eingetragen, nachdem vorher 400 Pfd. Quecksilber und Wasser ins Fass gethan. Man schliesst den Deckel und lässt durch *f* Dampf einströmen, welcher durch *e'* dringend die ganze Masse in starke Bewegung bringt. Nach 3½ stündigem Umgang der Welle *g* wird Wasser eingeführt, dieses ½ Stunde später durch die Spundlöcher *o* abgelassen, die Rückstände herausgenommen, das Quecksilber alle 24 Stunden durch *o'* abgezogen und das Amalgam von den Kupferplatten mit kleinen eisernen Kratzen weggenommen.

---

1) Oestr. Ztschr. 1860. Nr. 11, 39.
2) Oestr. Ztschr. 1860. Nr. 17.
3) B. u. h. Ztg. 1857. S. 205.
4) B. u. h. Ztg. 1860. S. 487, 498.

Zweites Kapitel.

Amalgamation von Lechen.

§. 68. Allgemeines. Bei der Amalgamation von Lechen kommen im Wesentlichen dieselben Manipulationen vor, wie beim Verarbeiten von Erzen, nur werden Kupfersteine (I. 63, 66) erst für sich geröstet, dann mit Kochsalz und Kalk beschickt, eingesümpft und nach dem Trocknen gaar geröstet. Der Kalk soll beim Rösten gebildete Chloride, welche sonst beim Verquicken Chlor ans Quecksilber abgeben würden, zersetzen. Es wird danach durch einen Kalkzuschlag der Quecksilberverlust verringert, dagegen aber kann das Silberausbringen benachtheiligt werden, indem wahrscheinlich bei Vorhandensein von Silbervitriol durch Kalk Silberoxyd gefällt wird.

Abweichung v. d. Erzamalgamation.

Die Amalgamation der Leche erscheint besonders vortheilhaft, wenn sie goldfrei sind und Mangel an Blei und Brennmaterial vorhanden ist.

Anwendbarkeit.

§. 69. Beispiele.

A. Mansfeld'sche Kupfersteinamalgamation.[1] Früher sind die Mansfelder Kupfersteine (I. 527) auf Schwarzkupfer verschmolzen und dieses ist der Saigerhütte zu Hettstädt übergeben (S. 119). Seit 1831 wurde aber die Saigerung durch die Amalgamation der 48—53% Cu, 9—10 Loth Silber und an 27% Fe haltigen Kupfersteine auf der Gottesbelohnungshütte verdrängt, indem letztere das Silber vollständiger ausbrachte und ein besseres Kupfer lieferte. Ein Ctr. Kupfer kam z. B. dabei auf 8 Thlr. 14 Sgr. 1 Pf. zu stehen, der Silberverlust betrug 11—12%, der Quecksilberverlust 2 bis 3 Lth. pro Ctr. Kupferstein. Seit längeren Jahren ist jedoch die Steinamalgamation dem noch einfacheren und wohlfeileren Ziervogel'schen Verfahren gewichen.

Früheres Verfahren im Mansfeldschen.

B. Versuche der Rohsteinamalgamation zu Freiberg.[2] Man machte dabei die Erfahrung, dass man

Freiberger Versuch.

1) Winkler, europ. Amalg. 1848. S. 140. — Russegger's Reisen IV, 718. — Elsner, Theorie der Mansfld. Kupfersteinröstung, Bgwfd. IX, 495.

2) Winkler, europ. Amalg. 1848. S. 187. — Freib. Jahrb. 1833. S. 61.

entweder, um arme Rückstände zu erhalten, viel Quecksilber opfern, oder, um Quecksilber zu sparen, mit einer unvollkommneren Entsilberung zufrieden sein musste.

ziklova. C. Zu Cziklova[1]) im Banat wurden Concentrationssteine mit 20—25 Pfd. Kupfer und 5—14 Loth Silber amalgamirt, nachdem dieselben zu einem mittleren Gehalt von 24 Pfd. Kupfer und 8—9 Lth. Silber gattirt waren. Der Silbergehalt der Rückstände betrug 1 Lth. und der Silbergehalt des daraus dargestellten Kupfers 4 Lth.

Drittes Kapitel.

Speiseamalgamation.

reichungen . Erzamalgamation. §. 70. Allgemeines. Aus früher angegebenen Gründen (I. 62) werden Speisen erst oxydirend, dann chlorirend geröstet und zwar bedarfs bei der Chloration entweder eines Zusatzes von Eisenvitriol behuf der Freimachung von Chlor (Speisen der Blaufarbenwerke), oder man lässt bei Erzeugung der Speise einen hinreichenden Schwefelgehalt in Gestalt von Lech in derselben (Kupferspeisen).

Bei zu geringem Lechgehalt zeigen sich namentlich bei der Röstung grosse Silberverluste, bei zu viel Lech entstehen Schwierigkeiten durch Ausscheidung von viel basischen Eisensalzen und grossem Verbrauch an Kupfer und Eisen, sowie bei der Amalgamation grosser Verlust an Quecksilber. Bei unvorsichtiger Röstung kann dadurch ein grosser Silberverlust entstehen, dass bei zu hoher Temperatur ein Theil des arsensauren Silberoxydes in metallisches Silber übergeht und sich letzteres theilweise als Oxyd verflüchtigt (I. 93) oder Chlorsilber durch flüchtige Chlormetalle mit fortgerissen wird.

Bei der Amalgamation bedarfs keiner so langen chlorirenden Röstung, wie bei der Augustin'schen Extraction, weil noch eine weitere Chloration des Silbers im Quickfasse stattfindet und auch metallisches Silber bei der grossen Contactfläche und Reibung mit Quecksilber vollständiger

1) Wehrle, Hüttenkde. II, 492.

aufgenommen wird, als beim blossen Laugendurchzug. Durch Zusatz von Kalk beim Rösten und Verquicken soll eine auf den Quecksilberverbrauch schädlich wirkende Bildung von Metallchloriden, durch Anwendung von Kupfer statt Eisens beim Verquicken die Entstehung eines kupferreichen Amalgams vermieden werden.

Da die mit Lech gemengten Kupferspeisen verschiedene Metallgehalte in den einzelnen Stücken zeigen, so muss die Einlösung derselben nach der Probe in Mehlform geschehen.

§. 71. Beispiele.

1) Auf der Stephanshütte[1]) in Oberungarn ist die Kupferspeise vom Verschmelzen der oberungarischen Fahlerze (II. 560) amalgamirt worden. Bei einem Gehalt von etwa 25% Cu, 0,28 Münzpfd. Ag, 58% Sb, 8% Fe, 5% S, 2% As, etwas Bi, Pb, Co und Ni nebst geringem Goldgehalt wird dieselbe in Quantitäten von 5 Ctrn. mit 2% Kalkstein 5 Stunden auf dem oberen und 5 Stunden auf dem unteren Herd eines ungarischen Flammofens vorgeröstet, durch ein Sieb mit 144 Maschen pro Q. Z. gethan, die Gröbe gemahlen, das Siebfeine dann mit der Röstkläre in Posten von 6 Ctr. mit 1% Kalkstein und 7% Salz auf dem unteren Herd 6 Stunden lang gaargeröstet und das erkaltete Röstgut mit 1% Kalkstein gemengt fein gemahlen. 12 Ctr. Mehl, mit 2% Kochsalz beschickt, werden dann mit 20 Kannen heisser Kochsalzlösung und 1 1/2 Kannen Kalkmilch angemacht und im Quickfass mit 1 Ctr. Kupferkugeln bei 25 Umdrehungen pro Min. 5 Stunden umlaufen gelassen. Nachdem jetzt 4 Ctr. Quecksilber hinzugefügt, lässt man die Fässer 15 Stunden mit 18 Umdrehungen pro Min. rotiren, zapft das Amalgam ab, bringt dasselbe unter eine hydraulische Presse und erhält 1 3/4% körniges Amalgam mit 18% Ag. Man erhält aus der Beschickung 97,7% Ag bei einem Quecksilberverlust von 1,88 Loth pro Ctr. rohes Mehl und 0,053% Kupferverbrauch. Das in gusseisernen Retorten ausgeglühte Amalgam wird eingeschmolzen. Eine

Stephanshütte.

1) Oestr. Ing. Verein, Versammlung der Abthlg. f. Berg- u. Hüttenwesen am 15. Mai 1861. — Oestr. Zeitschr. 1857. S. 145; 1861. Nr. 12. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 18.

Retorte hält gegen 10 Glühungen aus, ehe sie Quecksilberdampf durchlässt, dann kann sie noch 10—15 mal zum Umschmelzen des Glühsilbers benutzt werden.

Die Rückstände werden mit 2% Eisenkies und 5% Kochsalz im Röstofen ausgeglüht, das Gold mit unterschwefligsaurer Kalkerde daraus ausgezogen, die davon fallenden kupferhaltigen Rückstände mit Eisenchloridlösung ausgelaugt, wobei Kupfer in Lösung geht, welches dann durch Eisen gefällt wird.

Bei Extractionsversuchen mit der Speise nach AUGUSTIN's Methode[1]) erhielt man 92—98% Ag aus der Beschickung und bei der Kiss'schen Extractionsmethode mittelst unterschwefligsaurer Kalkerde 83,89% Ag und 76,47% Au. Das geringere Silberausbringen ist eine Folge des schwächeren chlorirenden Röstens, welches zur grösstmöglichen Goldausbeute führt.

Auch zu Tajova[2]) hat man Versuche mit der Extraction antimonialischer Kupferspeisen gemacht.

[Ob]erschlema. 2) Zu Oberschlema[3]) in Sachsen wird Speise aus dem Blaufarbenwerke mit $4^1/_2$ Lth. Ag in einem mit Giftfang versehenen Flammofen in Posten von 4—$4^1/_2$ Ctr. so lange geröstet, bis sich keine arsenige Säure mehr entwickelt und eine Probe nur noch wenig metallische Theile nachweist. Man siebt das Röstgut durch ein feines Sieb, mahlt das Siebfeine, theilt die Gröbe der rohen Speise zu, röstet das Mehl mit 8% Kochsalz und 2% entwässertem gemahlenen Eisenvitriol während 6 Stunden gaar, siebt wieder, mahlt das Feine, pocht die Röst- und Siebgröbe und röstet sie nochmals mit 2% Kochsalz und $^1/_2$% Eisenvitriol gaar. Dann folgt das Verquicken in gewöhnlicher Weise bei 13% Silberverlust und $1^1/_2$ Lth. Quecksilberverlust auf 1 Ctr. rohe Speise. Die Rückstände halten im Ctr. $^1/_2$ Lth. Ag.

1) Oestr. Ztschr. 1856. Nr. 49; 1857. Nr. 19. — Bericht über die 2. Versamml. v. Berg- u. Hüttenm. in Wien. 1862. S. 82.
2) Oestr. Ztschr. 1857. Nr. 14.
3) WINKLER, Amalgam. 1848. S. 192, 261. — LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 129. — PLATTNER's Röstprozesse. 1856. S. 297.

Viertes Kapitel.

Schwarzkupferamalgamation.

Chemische Reactionen.

§. 72. **Allgemeines.** Feinzertheiltes silberhaltiges Schwarzkupfer gibt beim Glühen mit überschüssigem Kochsalz Chlorsilber, Kupferchlorür und Kupferchlorid, welches letztere dann unter Bildung von Kupferchlorür metallisches Silber in Chlorsilber umwandelt. Auch wird wohl durch einen Schwefelkieszusatz die Choration befördert (Czik-lova). Die beim Rösten gebildeten Oxyde verhalten sich zu Kochsalz, wie Bd. I. S. 49 angegeben. Wesentlich ist eine hinreichende Zerkleinerung der Schwarzkupfer und wird eine solche durch einen nicht zu hohen Kupfer- und einen Antimongehalt von einigen Prozenten begünstigt. Die Zerkleinerung geschieht entweder durch Pochen in rothglühendem Zustande oder durch Granuliren [1]) oder Ausbreiten des Kupfers im breiigen Zustande auf einer kalten Eisenplatte und rasches Zerklopfen und Zerreiben desselben mit einem hölzernen Hammer. [2]) Das so gröblich zerkleinte Gut wird dann durch Stampfen und Mahlen noch weiter zerkleinert.

Vortheile der Amalgamation.

Die Amalgamation der Schwarzkupfer empfiehlt sich durch sehr rasches Ausbringen des Silbers und Erzielung so geringhaltiger Rückstände, dass eine weitere Silberextraction meist nicht erforderlich wird. Mittelst der Augustin'schen Kochsalzlaugerei [3]) lassen sich zwar gleicharme Rückstände erzielen, die Gewinnung des metallisch gefällten Silbers ist aber mit grösseren Schwierigkeiten verbunden, als aus dem Amalgam. Neuerdings hat man jedoch die Schwarzkupferamalgamation mit Vortheil durch die kein Quecksilber erfordernde Extraction ersetzt [Tajova [4])]. Vor der Saigerung blei- und goldfreier Schwarzkupfer bietet die Amalgamation entschiedene Vorzüge, sie ist wohlfeiler und einfacher und liefert ein besseres silberärmeres

---

1) Oestr. Ztschr. 1857. S. 146.
2) Oestr. Ztschr. 1857. S. 149. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 102.
3) Vergleichung der Amalgamation und Extraction der Schwarzkupfer: Oestr. Ztschr. 1857. S. 108, 146.
4) B. u. h. Ztg. 1864. S. 102.

Kupfer. Dagegen gewährt sie bei bleiischen Kupfern (Offenbanya) geringere Vortheile und bei güldischen Kupfern ist hinsichtlich des Goldausbringens die Saigerung vortheilhafter.[1]) Im Vergleich zur Kupfersteinamalgamation bietet die Schwarzkupferamalgamation den Vortheil der Verarbeitung einer geringeren und auch — bei unreinen Geschicken — reineren Masse, meist aber wird bei ersterer wegen der leichteren Röstung das Silber vollständiger ausgebracht.

§. 73. Beispiele.

Schmöllnitz. 1) Verfahren zu Schmöllnitz in Ungarn.[2]) Schwarzkupfer mit 11—15 Loth Silber und 85—89% Kupfer wird in Flammöfen geglüht, glühend gepocht und das Pochmehl durch Sieben und Mahlen völlig fein gemacht. Man röstet alsdann in Posten von 4 Ctr. bei 7—9% Kochsalzzuschlag, rättert und mahlt die geröstete Beschickung und quickt sie an. Eine Fassfüllung besteht aus 12—15 Ctr. Schwarzkupfermehl, 12—15 Kannen Wasser, 1 Ctr. Kupferkugeln (anstatt Eisens) und 4 Ctr. Quecksilber.

Der Silberverlust beträgt 4¾%, wovon etwa nur 2½% in den Rückständen und durchschnittlich ½ Loth Silber in dem Gaarkupfer bleibt; bei der frühern Saigerung zu Tajova hatte man 27% Silberverlust und liess im Gaarkupfer 2 Lth. Silber. Der Kupferverlust ist gering, nämlich 2%, der Quecksilberverlust aber bedeutend, etwa 4 Lth. pro Ctr. Schwarzkupfer.

Hinsichtlich des Silberausbringens sind neuerdings insofern wesentliche Fortschritte gemacht, dass man das Schwarzkupfer möglichst von speisigen Theilen befreit, das mit Kochsalz etwa 9 Stunden geröstete Mehl, statt früher 20, jetzt 40—44 Stunden anquickt, wobei die chlorirende Kraft des Kupferchlorides eine Entsilberung bis auf 1 Quintel bewirkt, und ferner, dass man nach 20—24 Stunden langem Fassumtriebe das Amalgam abzapft und frisches

1) Vergleichung zwischen Saigerung, Amalgamation, Kupferauflösung und Abdarrprozess: Wehrle, Hüttenkde. II, 492.

2) Winkler, Amalgam. 1848. S. 154. — Oestr. Ztschr. 1856. S. 129. — Ann. d. min. 1855. 1 livr. S. 57. — Stephanshütte: Bericht üb. d. 2. Versamml. d. Berg- u. Hüttenmänner in Wien. 1862. S. 82.

ueeksilber zugibt, wodurch der Silberinhalt des im Fasse rückbleibenden zerschlagenen Quecksilbers vermindert, ich vollkommnere Entsilberung der Beschickung erreicht ird. Während im J. 1830 der Silberverlust 6,32% betrug, ng er in 1855 auf 0,06% herab. Die Rückstände werden i Flammofen auf Schwarzkupfer verschmolzen (II. 555). uch ist die Extraction der Schwarzkupfer nach AUGUSTIN's lethode in Ausführung gebracht.

Offenbanya.

2) Verfahren zu Offenbanya in Siebenbürgen.[1] chwarzkupfer mit 10 Pfd. Blei werden mit 12% Na Cl, % Fe S und 3% K N zur Oxydation des Bleies 6 Stunen geröstet, dann gemahlen, wieder geröstet, gemahlen und erquickt.

Im Jahre 1830 betrugen die Unkosten pr. Mrk. Silber eim Amalgamiren 18 Gr. 8 Pf., beim Saigern 3 Thlr. Gr. 9 3/5 Pf.

Cziklova.

3) Zu Cziklova[2]) im Banat. Schwarzkupfer mit 681 Ton. Kupfer und 1,740 Kil. Ag pro Ton. wird glühend iter eisernen Stempeln zerkleint, gemahlen, gesiebt, mit % Schwefelkies und 12% Kochsalz in Chargen von 234 Kil. Stunden bei 3% Kupfer- und 7% Silberverlust und ,41 Fr. Kosten pro Tonne Schwarzkupfer geröstet, 672 Kil. stgut mit 25 Kil. Schwarzkupfer und warmem Wasser Stunde rotiren gelassen, 168 Kil. Quecksilber nebst asser hinzugefügt, die Fässer 15—18 St. rotiren gelassen, s Amalgam in leinenen Beuteln mittelst hydraulischen uckes gepresst, das Amalgam mit 14% Ag in einem ockenapparat (S. 238) in Quantitäten von 85 Kil. 8 Stunn geglüht und 85—90 Kil. Tellersilber auf einem Test ingebrannt. Aus 1 Ton. Schwarzkupfer erfolgen 1,608 Kil. einsilber und 0,657 Ton. Kupfer in den Rückständen bei 8% Silber- und 3,5% Kupferverlust und 81,995 Fr. osten.

Die kupferhaltigen Rückstände werden mit 25% Schwe-

---

1) WINKLER, c. l. S. 161.
2) Ann. d. min. 4 sér. X, 577. — KARST. Arch. 1 R. IX, 416. — Oestr. Ztschr. 1853. S. 807. — B. u. h. Ztg. 1848. S. 33. — RIVOT, Kupferhüttenkde., deutsch v. HARTMANN. 1860. S. 414.

felkies und 6% Holzkohlenpulver auf Stein und Schwarzkupfer im Schachtofen verschmolzen und dieses im Spleissofen verblasen und im kleinen Herd gegaart, während man das Schwarzkupfer aus dem Stein im kleinen Herd gaar macht.

Zweiter Theil.

Amerikanische Haufenamalgamation.

Kalte od. amerikanische Haufenamalgamation.

§. 74. Allgemeines. Die amerikanische Haufenamalgamation bietet im Vergleich zu anderen Entsilberungsprozessen nachstehende Vortheile:

a) sie ist am wenigsten von der Localität abhängig, da sie fast keines Brennstoffs und Wassers und nur sehr einfacher Vorrichtungen bedarf, nämlich einer Hütte (hacienda de beneficio oder nur hacienda), Mühlen, von Maulthieren zu bewegen, vielleicht einiger roher Röstöfen, einer gedielten oder gepflasterten Ebene (Patio, daher für Haufenamalgamation der Name beneficio por patio, Zugutemachung durch den Patio, auch wohl nach dem Erfinder Bartoloprozess genannt), eines Ausglühapparates, einfacher Waschapparate etc.

b) man bringt das Silber verhältnissmässig rasch und sogleich brandfein aus, wozu es weniger theoretischer Kenntnisse, als langjähriger Erfahrung bedarf.

c) Der Verbrauch sämmtlicher Materialien geht mit dem Silbergehalt gleichen Schritt, namentlich der des Quecksilbers. Erze mit 4–5 Pfundtheil Silbers [2 Unzen pro Carga[1]] im Centner können je nach ihrer sonstigen Beschaffenheit häufig noch mit Vortheil beneficirt werden.

Dagegen leidet diese Methode der Fässeramalgamation gegenüber an nachstehenden Mängeln:

a) das unvollkommenere Silberausbringen, welches bei einem gewissen Gehalt der Erze eintritt. Die Grenze dieses Gehaltes richtet sich hauptsächlich nach dem Preise der Materialien und den Arbeitslöhnen. Erze mit ...

1) 1 Carga = 300 Pfd. à 16 Unzen.

er werden z. B. in Mexico meist verbleit, sonst auch ärmere, die grössere Mengen Blei und Kupfer enthalten. Erze mit Unzen Silber pro Carga werden zuweilen noch als nutzbar betrachtet; gewöhnlicher verarbeitet man solche mit –6 Unzen und darüber.

b) ein grosser Quecksilberverlust, namentlich durch Bildung von Quecksilberchlorür. Derselbe beträgt pro Mrk. Ag 10—14, dchschn. 11—12 Unzen, wovon allein $7^1/_2$ beim Reduciren des Chlorsilbers verloren gehen; bei der Fässeramalgamation stellt sich dieser Verlust nur auf 2—6 Unzen je nach Beschaffenheit des Erzes und Leitung des Prozesses.

c) Erze, welche eine grössere Menge Schwefelungen (Eisen- und Kupferkiese, namentlich Zinkblende) gegen wenig Silber enthalten, lassen sich nicht mit Vortheil im Patio entsilbern, indem sie nur bis zur Hälfte des Silbergehaltes und grosse Quecksilberverluste geben, weil sie wahrscheinlich schon gebildetes Chlorsilber wieder in Schwefelsilber umwandeln. Ein Goldgehalt, weder durch Fässer-, noch durch Haufenamalgamation gut auszubringen, lässt sich jedoch theilweise dadurch gewinnen, dass man beim Mahlen der Erze einen Wasser- und Quecksilberzusatz gibt.

Theorie der Haufenamalgamation.

Die feingemahlenen Erze werden mit Kochsalz, Kupfervitriol (Magistral) und Quecksilber in Haufen innig vermengt und längere Zeit auf dem Patio dem Einflusse der Atmosphärilien ausgesetzt. Ueber die chemischen Vorgänge dabei herrschen verschiedene Ansichten, von denen noch durch weitere Versuche die richtigste festzustellen ist. Folgende Theorien existiren zur Zeit:

1) Nach Sonneschmidt[1]) und Karsten[2]) soll sich durch Einwirkung von Kochsalz und Kupfervitriol Kupferchlorid bilden, dieses an metallisches und geschwefeltes Silber Chlor abgeben, das Chlorsilber von Quecksilber unter Bildung von Quecksilberchlorür zersetzt und das ausgeschiedene Silber vom Quecksilber aufgenommen werden.

---

1) Sonneschmidt, Beschreibung der span. Amalgamation. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 308.
2) Karst. Arch. 2 R. XXV, 174. — B. u. h. Ztg. 1852. S. 818.

$\dot{Cu}\ \bar{S} + Na\ Cl = \dot{Na}\ \bar{S} + Cu\ Cl$. $2\ Cu\ Cl + \dot{Ag} = Ag\ Cl + S + Cu^2 Cl$. $Cu^2 Cl + \dot{Ag} = Ag\ Cl + \dot{Cu}$.

2) Bowring[1]) und v. Uslar[2]) stellen eine Bildung von Chlorsilber überall in Abrede und nehmen, gestützt auf Versuche, an, dass sich durch Einwirkung von Quecksilber auf Kupferchlorid Quecksilber- und Kupferchlorür bilden ($2\ Cu\ Cl + 2\ Hg = Cu^2\ Cl + Hg^2\ Cl$), von denen letzteres Sauerstoff aus der Luft absorbirt, Oxychlorid bildet ($Cu^2 Cl + O = Cu\ Cl + Cu\ O$) und dieses dann aus dem Schwefelsilber metallisches Silber ausscheidet [$3\ (Cu\ Cl,\ Cu\ O) + Ag\ S = 3\ Cu^2\ Cl + SO^3 + Ag$], welches vom Quecksilber aufgenommen wird.

Einer ähnlichen Ansicht huldigt Grützner[3]). Nach demselben gibt Kupferchlorid mit Quecksilber Kupfer- und Quecksilberchlorür ($4\ Cu\ Cl + 4\ Hg = 2\ Cu^2\ Cl + 2\ Hg^2\ Cl$), ersteres geht bei Luftzutritt in Oxychlorid über ($2\ Cu^2\ Cl + 2\ O = 2\ Cu\ O + 2\ Cu\ Cl$), es verwandelt sich aber das entstehenwollende Kupferoxyd bei Gegenwart von überschüssigem Quecksilber in Oxydul ($2\ Hg + 2\ Cu\ O = Cu^2\ O + Hg^2\ O$). Kupfer- und Quecksilberoxydul setzen sich dann mit Schwefelsilber, wie folgt um: $2\ Ag\ S + Cu^2\ O + Hg^2\ O = Cu^2\ S + SO^2 + 2\ (Ag,\ Hg)$. Ausserdem setzt sich das ursprünglich gebildete Quecksilberchlorür noch mit dem Schwefelkupfer um ($Hg^2\ Cl + Cu^2\ S = Cu\ Cl + Cu\ S + 2\ Hg$).

Auch Malaguti und Durocher[4]) nehmen eine Bildung von metallischem Silber in den Haufen an. Napier[5]) weist nach, dass bei den Bowring'schen und Uslar'schen Versuchen eine Chlorsilberbildung eintreten, dieselbe jedoch wieder gestört werden konnte, z. B. durch Anwesenheit von

---

1) Bgwfd. 1860. Bd. 1. Hft. 1 — Berggeist. 1861. Nr. 49. — B. u. h. Ztg. 1861. S. 406; 1862. S. 309; 1863. S. 5.
2) B. u. h. Ztg. 1862. S. 309.
3) Grützner, Augustinsche Silberextraction. 1851. S. 155. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 108.
4) Malaguti und Durocher, über das Vorkommen und Gewinnen von Silber. Deutsch v. Hartmann. 1851 S. 119.
5) B. u. h. Ztg. 1862. S. 310.

fremden Schwefelungen, namentlich Schwefelblei, Schwefelkies und Zinkblende, welche das Chlorsilber wieder in Schwefelsilber umwandelten.

Ausserdem ist durch GURLTS'[1]) und MARKUS'[2]) Versuche erwiesen, dass Schwefelsilber durch Kupferchlorid auf nassem Wege in Chlorsilber umgewandelt werden kann.

3) NOLTE[3]) nimmt eine directe Umsetzung von Schwefelsilber und Quecksilber in Schwefelquecksilber und Silber, begünstigt durch eine galvanische Wirkung zwischen Erz, Quecksilber und Lauge an.

Heisse Amalgamation.

In Südamerika wendet man für reiche Silbererze, welche hauptsächlich gediegen Silber, Chlor-, Brom- und Jodsilber enthalten, die sogenannte heisse Amalgamation[4]) (Methode des cazo) an. Die Erze werden in einem kupfernen Kessel mit Kochsalzlauge und Quecksilber bei Siedhitze behandelt, wobei das Quecksilber direct das gediegene Silber aufnimmt, während die genannten Haloidsalze des Silbers bei Gegenwart der Kochsalzlauge vom Kupfer unter Bildung von Kupferchlorür zerlegt werden und das ausgeschiedene Silber ins Quecksilber geht. Schwefel-, Antimon- und Arsensilber werden nur wenig zersetzt.

Dieser Prozess zeichnet sich vor der kalten oder Haufenamalgamation durch schnelleres Silberausbringen (während 5—6 Stunden) und geringere Quecksilberverluste aus, erfordert aber Brennmaterial und kostspielige Apparate.

Zerkleinerung des Erzes.

§. 75. Verfahren bei der Haufenamalgamation. Bei diesem, hauptsächlich in Mexico[5]), Bolivia[6]) etc. angewandtem Prozesse werden die Erze in Pochwerken, Kol-

1) B. u. h. Ztg. 1851. S. 692. — KERL, Unterharzer Hüttenprozesse. 1861. S. 103.
2) Oestr. Ztschr. 1854. S. 131.
3) B. u. h. Ztg. 1863. S. 83.
4) RIVOT, Métallurgie du plomb et de l'argent. 1860. p. 687. — MALAGUTI et DUROCHER c. l. S. 216. — B. u. h. Ztg. 1856. S. 77.
5) BECQUERELL in B. u. h. Ztg. 1856. S. 34. — NAPIER ibid. 1862. S. 266. — NOLTE ibid. 1863. S. 2. GRÜTZNER ibid. 1863. S. 108. — Bullet. de la soc. de l'industr. minér. II, 310. — DINGL. Bd. 115. S. 289.
6) RÜCK in B. u. h. Ztg. 1858. S. 290. — LEMUHOT ibid. 1859. S. 6.

lermühlen oder gewöhnlichen Mühlen mit horizontalen Rinnen etc. durch Wasser-, Menschen- oder Thierkraft gemahlen, wobei man einen Goldgehalt durch Hinzufügen von Quecksilber theilweise auszieht. Nach 16—24 Stunden sind 5 bis 10 mexicanische Cargas (à 300 Pfd. à 16 Unz.) in Schlamm (lama) verwandelt, welchen man in gemauerte Gruben ablässt, wo sich ein Bodensatz vom Wasser trennt. Nachdem dieses abgelassen, kommt der Schlamm entweder direct zur Amalgamation oder derselbe wird getrocknet und behuf weiterer Auflockerung in einem rohen Flammofen bis 12 Stunden lang schwach geglüht.

Arbeit im Patio.

Der noch feuchte Schlamm aus den Gruben oder das angefeuchtete Röstgut wird, je nachdem Menschen oder Maulthiere arbeiten sollen, in kleinen Haufen (montones) von etwa 3, sonst von 20 und mehr Cargos Inhalt auf dem Patio ausgebreitet, und zwar von solcher Consistenz, dass er zähflüssig erscheint, aber nicht aus einander fliesst. Je nach dem Silbergehalt des Erzes werden über den Haufen $1^1/_2$—5% Kochsalz vertheilt und dieses durch sogenannte Trituration durch Menschen oder Maulthiere dem Haufen incorporirt. Dann bringt man den Schlamm wieder auf einen Haufen, wiederholt die Operation und incorporirt am folgenden Tage auf dieselbe Weise $1^1/_2$ Pfd. Hg. pro Mark Ag, nachdem dasselbe in feinem Regen durch ein Tuch auf die Oberfläche des Haufen getrieben worden, und wiederholt das Trituriren während 6—8 Stunden 10—12 Mal, wenn es durch Menschen geschieht. Nach dem 2. oder 3. Male setzt man schon Magistral, welches durch Rösten von Kupferkiesschlieg und Zusatz von Kochsalz bereitet wird, in um so grösserer Menge (20—24 Pfd. pro Monton) zu, je mehr rohe Schwefelmetalle, namentlich Blende im Erze vorhanden. Das wichtigste Anhalten für die Leitung des Prozesses gibt eine Verwaschprobe (Tentadura) auf einer Schaale (Jicara), wobei namentlich die Grösse der zurückbleibenden Quecksilbertropfen, ihre Consistenz, Farbe und Glanz empirische Kennzeichen für den Gang der Arbeit geben.

Ein Amalgamgehalt in den Quecksilbertropfen gibt sich bei guter Incorporation schon beim Drücken mit einem Bleiknopf und dem Daumen zu erkennen, wobei etwaiges Amal-

gam am Daumen festklebt. Bei zu wenig Magistral bildet sich wenig Amalgam, der Haufen bleibt kalt, bei zu viel entsteht auch wenig Amalgam, indem in reichlicher Menge erzeugtes Quecksilberchlorür die feinsten Theile des Quecksilbers überzieht und ihre Berührung mit dem Silber verhindert. Dieser Zustand, Hitze genannt, ist von bedeutenden Quecksilberverlusten begleitet.

War die Incorporation vollständig, so wirft man die einzelnen Montonen zusammen, bildet daraus eine Torta, untersucht täglich dieselbe mittelst der Waschprobe und setzt nöthigenfalls zur Hebung der Kälte Magistral und zur Verminderung der Hitze Asche zu. Bei zu viel von letzterer wird das Quecksilber leicht ganz zerschlagen und vereinigt sich dann nachher nur sehr schwer.

Man überlässt nun bei gutem Gange die Torta sich so lange, bis aus dem bei der Verwaschprobe erhaltenen Amalgam kein laufendes Quecksilber sich mehr ausdrücken lässt. Dann triturirt man den Rest des Quecksilbers, so dass im Ganzen auf jede Mark Silber 3 Pfd. Quecksilber kommen, macht noch 1—2 schwache Triturationen und lässt die Torta bis zur vollständigen, durch die Beschaffenheit des Amalgams bei der Waschprobe zu erkennenden Amalgamation des dazu fähigen Silbers in Ruhe (2—5 Monate). Dann werden nochmals 1—2 Pfd. Quecksilber pr. Mark Ag incorporirt und so viel Wasser zugesetzt, dass der Schlamm fast gänzlich flüssig wird, worauf man denselben in Kästen und einer Art roher Herde (planilla) verwäscht, woran sich Sümpfe schliessen. Durch wiederholtes Zuthun von Quecksilber in die Planilla sucht man das trockne Amalgam zu vereinigen.

Dieses wird in einem Zwillichbeutel gepresst, in Formen geschlagen und in einem Glockenapparat (S. 238) oder einer schmiedeeisernen Quecksilberflasche geglüht. Die Rückstände aus dem Sumpfe werden auf einem Herde mit geneigter Lehmsohle gewaschen. Der Silberverlust kann bis 30% und mehr betragen. Vom Quecksilberverlust war bereits (S. 252) die Rede.

Verbesserungen.

Bowring's Prozess.

Bowring[1]) wendet zur Beschleunigung der Amalgamation und zum vollkommneren Silberausbringen gleich Kupferchlorür, sowie einen Zusatz von Kupfer-, Eisen- oder Zinkamalgam an.

Smith's Prozess.

Nach Smith's Methode[2]) wird bei Erzen, welche viel Gold und einiges Silbererz enthalten, die Metallausscheidung durch Mahlen in eisernen erwärmten Pfannen bei Zusatz von das Erz zersetzenden Substanzen (Schwefelsäure, Aetzkali etc.) begünstigt.

ZWEITER ABSCHNITT.

Silbergewinnung durch Auflösung und Fällung.

Verschiedene Methoden.

§. 76. Allgemeines. Bei den hierher gehörigen Methoden wird das Silber in einem Erze oder Producte entweder als Chlorsilber in Kochsalzlösung (Augustin's Meth.) oder unterschwefligsaurem Natron (Patera's Meth.) oder als schwefelsaures Silberoxyd in heissem Wasser (Ziervogel's Verfahren) in Auflösung gebracht und aus dieser das Silber entweder durch Kupfer metallisch gefällt (Augustin's und Ziervogel's Verfahren) oder als Schwefelsilber präcipitirt (Patera's Verfahren) und aus diesem das Silber auf trocknem oder nassem Wege abgeschieden.

Eine Ausziehung des Chlorsilbers durch Ammoniak nach Rivero's und Gmelin's[3]) Vorschlag [Versuche zu Chambery[4]) in Savoyen], sowie die Ausfällung des Silbers aus seinen Lösungen als Chlorsilber — ältere Methode von Patera[5]) — oder auf galvanischem Wege — Becquerell's Verfahren[6]), Versuche im Mansfeld'schen[7])

1) Bgwfd. 1860. 1. Lief. — Berggeist 1861. Nr. 49. — B. u. h. Ztg. 1856. S. 49.
2) B. u. h. Ztg. 1862. S. 83, 138; 1863. S. 7.
3) Wehrle, Hüttenkde. II, 495. — Bgwfd. II, 454.
4) Ann. d. min. 4 sér. XIV, 331. — B. u. h. Ztg. 1850. S. 65.
5) B. u. h. Ztg. 1855. S. 131.
6) B. u. h. Ztg. 1856. S. 85.
7) Scheerer, Metallurg. I, 51.

und am Altai[1]) — hat sich auf die Dauer nicht bewährt. Auch scheint die von MARKUS[2]) vorgeschlagene gleichzeitige Fällung von Silber und Kupfer durch Eisen keinen Eingang in die Praxis gefunden zu haben.

Obige Methoden zeichnen sich vor der Verbleiung und auch theilweise vor der Amalgamation hauptsächlich durch Wohlfeilheit und rascheres Silberausbringen aus, erfordern aber ein Rohmaterial von gewisser Reinheit, wenn nicht bedeutende Silberverluste stattfinden sollen. Da nun gerade die Silbererze häufig mit den Hauptfeinden dieser Prozesse (Blei, Antimon, Arsen, Zink etc.) vorkommen, so erklärt sich daraus die nicht häufige Anwendbarkeit derselben.

Erstes Kapitel.

Augustin'sche Kochsalzlaugerei.

Theorie.

§. 77. Allgemeines. Dieser Prozess beruht darauf, dass durch Röstung des Rohmaterials mit Kochsalz gebildetes Chlorsilber in concentrirter Kochsalzlösung unter Entstehung eines Doppelsalzes von Na Cl + Ag Cl sich auflöst, aus der Lösung das Ag durch Cu, aus der entstehenden Kupferlösung das Cu durch Fe niedergeschlagen und die zurückbleibende Lauge nach erforderlicher Reinigung von Eisen, Glaubersalz etc. wieder zur Lösung[3]) verwandt wird. Die Löslichkeit des Ag Cl in Kochsalzlösung ist schon länger bekannt; KARSTEN[4]) erwähnt derselben bei Betrachtung des Amalgamationsprozesses und auf dem Freiberger Amalgamirwerk hat man dieses Verhalten bei der Röstprobe (S. 231) schon längst angewandt. Erst AUGUSTIN[5]) benutzte 1845 diese Thatsache zur Schaffung einer neuen Silberextractionsmethode, welche zur Gottesbelohnungshütte

Geschichtliches.

---

1) B. u. h. Ztg. 1851. S. 800. — DINGL. Bd. 124. S. 115.
2) B. u. h. Ztg. 1859. S. 286.
3) Löslichkeit der Silbersalze: B. u. h. Ztg. 1862. S. 220.
4) KARST. Arch. 2 R. I, 161. — B. u. h. Ztg. 1852. S. 818.
5) GRÜTZNER, die Augustin'sche Silberextraction. Braunschweig, 1851. — DINGL. Bd. 106. S. 75.

bei Hettstädt im Mansfeld'schen an die Stelle der Kupfersteinamalgamation (S. 245) gesetzt worden, die erst nicht lange vorher die Saigerung (S. 119) verdrängt hatte. Die Kochsalzlaugerei arbeitet billiger, als die Amalgamation, es bedarf dabei nicht des theuren Quecksilbers und die Arbeiten geschehen meist von selbst ohne grosse maschinelle Vorrichtungen.

rgleichung Amalgation und traction.[1]

Während bei der Amalgamation die Erze etc. gleich mit Kochsalz geröstet werden, so röstet man die der Augustin'schen Extraction zu unterwerfenden Substanzen erst oxydirend, dann chlorirend, weil sich bei diesem Verfahren aus angegebenen Gründen (I. 62) ausser Chlorsilber weniger andere Chlormetalle bilden, welche sonst die Silberverflüchtigung begünstigen, die Laugerei erschweren oder das Fällsilber verunreinigen.[2]) Während bei der Amalgamation noch in den Anquickfässern eine Chlorsilberbildung durch anwesende Chloride stattfinden kann, so muss diese bei der Extraction durch eine längere Röstung vollendet werden, weil das Extractionsmittel, die Kochsalzlösung, keinen chlorirenden Einfluss mehr ausübt.

iwendbar- der Kochzlaugerei.

Am geeignetsten für die Kochsalzlaugerei sind geschwefelte silberhaltige Verbindungen, welche beim oxydirenden Rösten unter Bildung von schwefelsaurem Silberoxyd grösstentheils in Oxyde übergehen, die dann beim chlorirenden Rösten keine oder nur wenige flüchtige Chlormetalle geben. Bei solchen Substanzen (z. B. reinen Roh- und Kupfersteinen) kann der Silberverlust durch Verflüchtigung und in den Rückständen bis auf 6% und weniger herabgehen; derselbe steigt aber, weniger durch einen Rückhalt an Silber in den Rückständen, als durch Verflüchtigung, sobald Schwefel-, Arsen- oder Antimonmetalle vorhanden sind, die beim oxydirenden Rösten leicht sinternde Verbindungen (Blei) geben oder schwefelsaure oder antimonsaure Salze zurücklassen (Schwefelblei, Schwefelzink, Schwefelantimon etc.).

Es bilden sich dann beim chlorirenden Rösten viel flüchtige Chlormetalle (Chlorblei, Chlorzink, Chlorantimon etc.), welche Chlorsilber mit fortreissen (I. 94) und zur Bildung

1) Oestr. Ztschr. 1857. S. 108.

2) PLATTNER's Röstprozesse. 1856. S. 284. — B. u. h. Ztg. 1854. S. 126.

von Chlorkupfer Veranlassung geben. Letzteres verflüchtigt sich auch zum Theil, theils löst sich der als Chlorür zurückbleibende Theil in der Kochsalzlauge mit auf, oxydirt sich beim Fällen des Silbers zu basischem unlöslichen Chlorkupfer und dieses verunreinigt das Fällsilber. Dasselbe ist mit Chlorblei der Fall, welches, in heisser Kochsalzlauge löslich, bei deren Erkalten in den Silberfällgefässen sich ausscheidet, auch wohl schon vorher die Filter verstopft. Aus diesem Grunde ist unter Anderem im J. 1862 in Freiberg die Kochsalzlaugerei mit im Flammofen concentrirten Kupfersteinen aus der Bleiarbeit der Sulfatisation der Steine gewichen.

Durch passende Modification des Verfahrens (z. B. Vorrösten antimon- und arsenhaltiger Producte mit oder ohne Wasserdampf, Extraction des Chlorbleies durch heisses Wasser vor der vollständigen Chlorirung und Auslaugung des Silbers, zweimaliges Rösten und zweimaliges Auslaugen bei Speisen, z. B. auf Stephanshütte etc.) hat man jedoch neuerdings bei der Entsilberung blei- und antimonhaltiger Producte (Schwarzkupfer und Speisen) in Ungarn[1]) zufriedenstellende Resultate erhalten, wenngleich eine unvollständige Zerlegung von beim oxydirenden Rösten gebildeten antimonsaurem Silberoxyd durch Kochsalz zu fürchten ist.

Geschieht das oxydirende Rösten bei Kupfersteinen nicht vollständig, bleibt also statt Kupferoxyds viel schwefelsaures Kupferoxyd zurück, so bildet sich in reichlicher Menge Chlorkupfer, was neben einer Disposition des Chlorsilbers zur Verflüchtigung die obigen Uebelstände herbeiführt. Die Röstöfen müssen deshalb mit Flugstaubkammern versehen sein. Bei Anwendung von Wasserdampf[2]) vermindert sich die Silberverflüchtigung beim Rösten (I. 29), während aber der Brennstoffverbrauch steigt.

Ein Goldgehalt wird ebenfalls nur theilweise — nach Grützner[3]) bis zu $^{2}/_{3}$ — ausgebracht, wie bei der Amalgamation (S. 228), und müssen die Rückstände zur weitern

1) B. u. h. Ztg. 1855. S. 64.
2) Oestr. Ztschr. 1860. Nr. 11. — B. u. h. Ztg. 1861. S. 60.
3) Grützner, c. l. S. 164.

Entgoldung nach PLATTNER's Methode mit Chlorgas behandelt werden. Neuerdings haben ROESZNER [1]) und PATERA [2]) in einem Gemisch von kalter Kochsalzlösung und Chlorwasser ein ausgezeichnetes Extractionsmittel gleichzeitig für Gold und Silber gefunden. Weniger wirksam ist die Methode von KISS [3]), aus mit Kochsalz gerösteten Erzen Silber und Gold mit unterschwefligsaurer Kalklauge gleichzeitig auszuziehen.

Versuche zur Vermeidung von Silberverluste bei der Chloration.

Zur Verminderung oder Vermeidung von Silberverlusten bei der Chloration des Silbers durch eine Röstung hat man verschiedene Versuche, namentlich auf nassem Wege angestellt, deren Erfolge aber die übliche Röstung mit Kochsalz noch nicht ausgeschlossen haben. GURLT [4]) behandelt z. B. die silberhaltigen Substanzen in rotirenden Fässern mit Kupferchlorid und Kochsalzlauge, BECQUERELL [5]), wie bei der amerikanischen Amalgamation, mit Kochsalz und geröstetem Schwefelkies; MARKUS [6]) röstet mit Schwefelkies und Wasserdampf in einer Muffel, siebt das Röstgut und behandelt das Siebfeine mit einer Lösung von Kochsalz und Kupfer- oder Eisenchlorid. MEYER [7]) netzt silberhaltige Kupfererze mit Salzsäure an, lässt sie behuf Bildung von Kupferchlorid unter öfterem Durchstechen 14 Tage liegen und röstet dann, ohne Kochsalzzusatz, chlorirend.

Die Kochsalzlaugerei ist weniger für Erze, als für Hüttenproducte (Leche, Speisen, Schwarzkupfer) in Ausführung gekommen, weil erstere häufiger die Chloration störende Stoffe enthalten, als letztere.

1) Oestr. Ztschr. 1863. Nr. 25 u. 40. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 33[illegible].
2) Oestr. Ztschr. 1863. Nr. 24.
3) NEUMANN's Extraction. 1863. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 319; 1864. S. 102.
4) DINGL. Bd. 120. S. 433. — Bgwfd. XV, 13. — B. u. h. Ztg. 1851. S. 692; 1859. S. 54; 1861. S. 79. — Berggeist. 1860. Nr. 34. — KERL, Rammelsberger Hüttenpr. 1861. S. 103.
5) Bgwfd. I, 266, 541; III, 282. — DINGL. Bd. 60. S. 76; Bd. 69. S. 165; Bd. 133. S. 213. — B. u. h. Ztg. 1846. S. 63. Ergänzungsheft.
6) Oestr. Ztschr. 1856. S. 171; 1858. S. 79. — B. u. h. Ztg. 1856. S. 266.
7) B. u. h. Ztg. 1862. S. 179.

I. Silbererzextraction

§. 78. Allgemeines. Es sind darüber nur auf wenigen Hüttenwerken Versuche, meist nur im Kleinen angestellt, so dass derzeit bestimmte Resultate über die Anwendbarkeit des Augustin'schen Verfahrens für Erze nicht vorliegen dürften. Es scheint jedoch, als ob die Extraction der Erze nicht so vortheilhaft, als die der Hüttenproducte und die Amalgamation dabei vorzuziehen sei.[1])

Mangel an Erfahrungen über diesen Prozess.

§. 79. Beispiele.

1) Zu Freiberg[2]) sind Versuche mit reichen nickel- und kobalthaltigen Silbererzen, mit currenter Amalgamirbeschickung und mit Rückständen von den ersteren extrahirten Erzen angestellt. Dieselben fielen zwar in Betreff des Silbergehalts der Rückstände nicht ungünstig aus, allein man hat dennoch den neuen Prozess nicht eingeführt.

Freiberger Versuche.

2) Zu La Motte[3]) bei Chambery in Savoyen wurden 600 Kilogr. Fahlerze in gemahlenem Zustande mit einer Kochsalzlösung getränkt, geröstet, der dabei gebildete Kupfervitriol mit Wasser ausgezogen, die hornsilberhaltigen Rückstände getrocknet und in einem grossen Bottich mit concentrirter Salzlauge bei 60—80° C. umgerührt. Die abgegossene klare Silberlösung wurde durch metallisches Kupfer zerlegt. Nach einer dreimaligen Auslaugung des Chlorsilbers durch Kochsalz erfolgten Rückstände mit 7 Gramm Silber in 100 Kilogr. Erz.

Versuche in Savoyen.

3) Zu Rochlitz[4]) sind silberhaltige Kupfererze, nachdem sie mit Salzsäure benetzt und geröstet, bloss mit Wasser ausgelaugt, wobei die im Röstgute enthaltenen Chloride von Cu, Fe, Pb, Zn, Ca, Mg, Al etc. das Chlorsilber eben so leicht auflösen, wie eine Kochsalzlösung.

Rochlitz.

4) Aranyidkaer-Antimonerze[5]) mit 0,420 Mzpfd. Ag liessen eine gute Entsilberung zu, wenn sie vorgeröstet und

Arany-Idka.

1) Grützner, c. l. S. 140.
2) Malaguti und Durocher, c. l. S. 239.
3) Ann. d. min. 4 sér. XIV, 334.
4) B. u. h. Ztg. 1862. S. 179.
5) Leoben. Jahrb. 1862. XI. 159.

dann mit 5 % Kochsalz chlorirt wurden. Die Entsilberungskosten betrugen pro Ctr. 2 Guld. 11 Kr.

Tajova.

5) Zu Tajova[1]) ergaben Silbererze mit 4 Lth. Ag einen Silberabgang unter 4,27 % und die Manipulations- und Regiekosten betrugen 1 Guld. 64 Kr. weniger, als die Schmelzkosten. Wegen zu kleiner Röstöfen und zu wenig Gefässen wurde der Versuch unterbrochen.

II. Kupfersteinextraction.

Eigenschaften der zu extrahirenden Steines.

§. 80. Allgemeines. Die Entsilberung solcher Leche gelingt mit dem geringsten Silberverlust, wenn dieselben frei von Blei, Zink, Antimon und Arsen sind, zur Erzielung silberarmer Rückstände möglichst viel Kupfer (60—70 %) enthalten und frei von eingemengtem metallischen Kupfer sind, welches letztere stets Silber enthält und namentlich bei Anwesenheit von Blei durch Bildung von dasselbe umhüllenden Bleioxyd und Bleivitriol nur unvollständig verchlort wird. Zweckmässig wird der Kupfergehalt der Leche unter Abscheidung fremder Stoffe durch Spuren im Flammofen (II. 382, 516) angereichert und der Abscheidung von metallischem Kupfer (I. 708; II. 375) dadurch entgegengewirkt, dass man den Stein behuf raschen Erstarrens in kleine eiserne Formen absticht oder granulirt. Bei einem Bleigehalt empfiehlt sich eine Ausziehung des Chlorbleies durch heisses Wasser vor Behandlung des Röstpulvers mit Kochsalzlauge.

Manipulationen.

Behuf Entsilberung der Kupfersteine unterwirft man dieselben nachstehenden Manipulationen:

Vor- oder Todtrösten.

1. Rösten des Steines. Der durch Pochen, Sieben und Mahlen möglichst fein zertheilte Stein wird in Posten von 3—4 Ctrn. auf dem oberen Herd eines älteren (Bd. I. Taf. X. Fig. 243, 244) oder neueren Mansfelder Doppelröstofens (Bd. IV. Taf. III. Fig. 70—73) unter öfterem Durchkrählen etwa 5 Stunden bei schwacher Rothgluth einer oxydirenden Vorröstung unterworfen, dann etwa 2 Stunden auf dem unteren Herd bei mässiger Rothglühhitze behandelt und zuletzt noch während 2—3 Stunden bei verstärkter

1) Oestr. Ztschr. 1860. Nr. 13.

Rothglühhitze fortgeröstet, in welchem Zustande eine Laugprobe kaum bläulich gefärbt erscheint und ein Körnchen Kochsalz in derselben einen käsigen Niederschlag von Chlorsilber erzeugt. Das Silber ist bei einem reinen Kupferstein alsdann grossentheils in Silbervitriol, zum geringen Theil in metallisches Silber übergegangen und die fremden Metalle (Fe, Cu) sind in Oxyde und wenig basisch schwefelsaure Salze verwandelt.

Gaarröst

Man zieht jetzt einen Theil des Röstgutes aus dem Ofen, vermengt ihn mit 1—6 % Kochsalz je nach der Reinheit des Steines, giebt das Gemenge in den Ofen zurück und vollendet in $^1/_2$—$^3/_4$ Stunden das chlorirende Rösten (Gut- oder Gaarrösten) bei dunkler Rothglühhitze, um die Silberverflüchtigung möglichst zu beschränken und eine schon bei 260° C. eintretende Schmelzung des Chlorsilbers zu vermeiden, welches im geschmolzenen Zustande sich schwer in Kochsalzlauge auflöst. Es bildet sich dann neben geringen Mengen von Eisen- und Kupferchlorid hauptsächlich Chlorsilber (I. 63). Andere Reactionen, namentlich eine reichlichere Bildung fremder Chloride tritt ein, wenn der Stein zu schwach vorgeröstet worden, also noch zu viel schwefelsaure Salze enthält (S. 261), oder durch Zink, Blei, Antimon, Arsen etc. (S. 260) verunreinigt ist.

Kochsalz gung.

Das noch heisse Röstgut wird alsdann mit concentrirter heisser Kochsalzlösung ausgelaugt, — nach PATERA's Methode[1]) unter Druck, um die Extraction rascher und vollständiger zu vollbringen — und aus der entstandenen geklärten Lösung von $AgCl + NaCl$ das Ag durch Cu ausgefällt, wobei ein Gehalt der Lauge an Chlorblei und Kupferchlorür die oben bezeichneten Uebelstände (S. 261) herbeiführen kann. Das in Kochsalz lösliche Kupferchlorür erzeugt sich einmal beim Ausfällen des Silbers, dann durch Zerlegung des in der Silberlauge enthaltenen Eisenchlorids und Kupferchlorids durch metallisches Kupfer, so wie auch bei zu schwachem Vorrösten (S. 261).

Silberfällt

Fällung v Cementku

Aus der entstehenden Kupferlösung wird das Kupfer

— Reichsanst. 1850. S. 573; 1851. S. 52. —

durch Eisen ausgeschieden; bei einem Bleigehalt schlägt sich metallisches Blei nach dem Kupfer nieder[1]) und es erfolgt eine eisenhaltige Mutterlauge, welche nach theilweiser Ausscheidung des Eisens und von Glaubersalz wieder zur Extraction verwandt wird. Das erfolgende Cementsilber wird mit Wasser oder Säuren gewaschen, um dasselbe von PbCl, Kupferoxychlorür etc. zu befreien, getrocknet und feingebrannt; die Rückstände verschmilzt man auf Schwarzkupfer, wenn sie nicht einen gewinnungswürdigen Goldgehalt besitzen (S. 261).

'roducte.

Zur Stephanshütte[2]) in Oberungarn ist eine wesentliche Vereinfachung der Extractionsapparate gegen die sonst gebräuchlichen vorgenommen.

§. 81. Beispiele.

'reiberg.

1) Früheres Verfahren in Freiberg.[3]) Seit 1848 statt der Saigerung zur Muldener Hütte für durch Concentration in Flammöfen gereinigte Kupfersteine aus der Bleiarbeit eingeführt, ist die Augustin'sche Extraction seit Juni 1862 hauptsächlich wegen der durch das Blei verursachten Schwierigkeiten durch die Sulfatisation der Steine (§. 91) ersetzt, bei welcher man den ganzen Silber- und Bleigehalt, auch einen etwaigen Goldgehalt der Leche in dem zurückbleibenden Schlamme concentrirt, welcher dann verbleit wird. Während beim letzten Abschluss der Extraction im 1. Halbjahr 1862 der Geldgewinn bei Verarbeitung des Kupfersteins 5,746 % betrug, so war derselbe bei der Schwefelsäurelaugerei im 2. Halbjahr 1861 auf Halsbrückner Hütte 15,90 %.

Rösten.

Die im Flammofen (II. 562) concentrirten gepochten und gesiebten Kupfersteine mit 68—75 % Cu, 3—8 % Pb und 0,3—5 % Fe nebst 25—40 Pfundtheilen Ag im Ctr. werden in Posten von etwa 4 Centnern in vorhinniger Weise (S. 264) geröstet.

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 180.
2) Bericht über die 2. Versammlung der Berg- und Hüttenmänner in Wien. 1862. S. 82.
3) B. u. h. Ztg. 1856. S. 97; 1862. S. 439. — Handschriftliche Mittheilungen des Hütteningenieurs Stetefeldt. — Lorenz, Stammbaum zu den Freiberger Hüttenprozessen. 1861.

Auslaugen.

Den gut gerösteten Stein unterwirft man hierauf dem Auslaugen und zwar wird er zu diesem Zwecke in Kästen in das erste Stockwerk gezogen, wo sich die Laugfässer *a* (Bd. I. Taf. XIII. Fig. 338, 339, S. 564) befinden. Letztere haben 3′ 9″ Höhe, 2′ 8″ obern und 2′ 4″ untern Durchmesser und werden mit 4—6 Ctr. Stein gefüllt, auf der Schienenbahn *c* an die betreffende Stelle der Laugbühne gefahren und auf deren Querschienen geschoben.

Jedes dieser Fässer enthält am Boden eine Filtrirvorrichtung; zu unterst ein Holzkreuz, darauf einen durchlöcherten Boden, dann ein Korbgeflecht oder Stroh und zuletzt Leinwand, um einen Reif gespannt. Oben auf das mit Steinmehl gefüllte Gefäss kommt ein durchlöcherter Deckel zur gleichmässigen Vertheilung der Salzlösung. Diese wird im concentrirten Zustande aus dem Bassin *p* in die Pfanne *f* gehoben, hier erwärmt und so in das über den Laugfässern liegende Hauptgerenne *e* geleitet. Von hier tröpfelt sie in die einzelnen Lauggefässe *a* und tritt dann, mit $AgCl$ gesättigt, durch Hähne am Boden derselben aus. Man lässt anfangs die Hähne der Lauggefässe so lange offen, bis der heftig ausströmende Dampf nachlässt, darauf werden sie etwa ¼ Stunde geschlossen, dann fortwährend offen erhalten, indem man nur dafür sorgt, dass oben so viel Lauge zuläuft, als unten Silberlauge wegfliesst. Das Laugen geschieht in 3 Perioden. Die erste Laugung mit concentrirter Lösung dauert 10 Stunden, die zweite 10—12 Stunden ebenfalls mit concentrirter Lösung so lange, bis ein eingehaltenes Kupferblech nicht mehr weiss wird; dann folgt das Aussüssen (Entsalzen) mit reinem Wasser auf die Bd. I. S. 564 angeführte Weise. Das Aussüsswasser wird so lange zum Entsalzen gebraucht, bis es hinreichend $NaCl$ enthält, um zum Auslaugen des Chlorsilbers zu dienen.

PATERA's Verfahren, mit Anwendung eines höheren Druckes die Laugung auszuführen, gab nicht ungünstige Resultate.[1])

Producte der Laugerei.

Vom Laugen erhält man folgende Producte:

1) **Rückstände**. Die mit denselben gefüllten Laug-

1) B. u. h. Ztg. 1852. S. 151; 1853. S. 301.

gefässe *a* werden auf der Schienenbahn *c* nach dem daneben befindlichen Rückstandsmagazin transportirt, hier in Stände entleert, nach erfolgter Probirung bei einem Gehalte von 1 bis 2 Pfundtheilen Silber im Ctr. aufgestürzt und später der Schwarzkupferarbeit übergeben (Bd. II. S. 562). Reichere Rückstände kommen auf die Bühne *w* zurück und werden einer nochmaligen Röstung mit Kochsalz unterworfen. Der Kupfergehalt der Rückstände variirt je nach dem Gehalte des Steins zwischen 40 und 65 Pfd. Cu im Centner.

2) Silberhaltige Kochsalzlauge. Aus den Laugfässern *a* tritt sie in die Rinne *g*, fliesst von hier durch *s* in das Vertheilungsbassin *h* und von hier in die Fällgefässe *i*, *l*, *m* ab.

3) Aussüsswasser, werden in den Reservoiren *r* und *q* aufbewahrt und wieder zum Auslaugen angewandt.

Fällen des Silbers und Kupfers. Aus dem Vertheilungsbassin *h* tritt die Silberlauge in die mit Cementkupfer gefüllten und mit einer Filtrirvorrichtung versehenen Fällgefässe *i* und *l* der beiden ersten Terrassen. Die entsilberte Lauge gelangt dann in mit Eisenstücken versehene Bottiche *m* und *n*, worin sich das aufgelöste Kupfer niederschlägt.

Bei diesen Prozessen erfolgen:

Producte des Fällprozesses. 1) Cementsilber aus *i* und *l*, wird in zusammenhängenden Krusten von der 6" starken Cementkupferlage alle 8 Tage abgehoben, durch längeres Auswaschen mit Wasser und verdünnter Salzsäure von dem darin enthaltenen Chlorblei und Kupferchlorür befreit und raffinirt (S. 215).

2) Cementkupfer aus *m*, *n* und *o*, wird zum Fällen des Silbers angewandt.

3) Silber- und kupferfreie Lauge. Sie wird aus dem letzten Kupferfällgefäss *o*, in das Bassin *p* gepumpt und, nachdem sich ein Theil des Eisens als basisches Salz ausgeschieden hat, wieder zum Auslaugen verwandt. Von Zeit zu Zeit wird die Lauge von dem darin enthaltenen Glaubersalz durch Auskrystallisirenlassen gereinigt.

Nachstehende Zusammensetzung ergibt den allerletzten Abschluss der Kochsalzlaugerei im 1. Halbjahr 1862:

Zum Extrahiren kamen

1006,1 Ctr. Kupferstein
mit
24,12 Pfdthl. Ag u. 64,98 Pfd. Cu
21,5 Ctr. Cementkupfer
mit
53,06 Pfdthl. Ag u. 61,48 Pfd. Cu.

Zur Silberpräcipitation gelangten

1,5 Ctr. Cement-Cu mit
106 Pfdthl. Ag u. 86 Pfd. Cu.
84 Betriebstage beim Laugen.

In 1 Tag 11,97 Ctr. Kupferstein durchgesetzt.

Auf 100 Ctr. Kupferstein, Rückstände etc. brauchte man beim Vorrösten

65,93 Ctr. Schieferkohlen
0,973 Scheffl. Sinter.

mit einem Geldaufwand pro 1 Ctr. Vorlaufen von

4,851 gr. für Brennmaterial
3,219 „ „ Arbeitslöhne
2,797 „ „ Zwischenarbeiten.

Auf 100 Ctr. Vorlaufen brauchte man beim Gutrösten:

5,352 Ctr. Kochsalz
50,67 „ Schieferkohlen
0,778 „ Scheffl. Sinter.

mit einem Geldaufwand pro Ctr. von

2,269 gr. für Kochsalz
3,730 „ „ Brennmaterial
1,723 „ „ Arbeitslöhne.

Auf 100 Ctr. Vorlaufen bedurfte man beim Laugen:

6,617 Ctr. Kochsalz
38,48 „ Schieferkohle
0,9731 „ Schmiedeeisen,

mit einem Geldaufwand pro 1 Ctr. von

2,806 gr. für Kochsalz
1,655 „ „ Brennmaterial
8,096 „ „ Arbeitslöhne
0,058 „ „ Eisen.

Entsilbern der noch silberhaltigen Extractionsrückstände.

Zum Vorlaufen kamen:

440 Ctr. = 42,81%.

Auf 100 Ctr. brauchte man beim Rösten:

1,16 Ctr. Kochsalz
26,27 „ Schieferkohle

mit einem Geldaufwand pro 1 Ctr. von

0,495 gr. für Kochsalz
1,918 „ „ Brennmaterial
0,579 „ „ Arbeitslöhne.

Auf 100 Ctr. Vorlaufen brauchte man beim Lauge[n]

1,86 Ctr. Kochsalz
7,78 „ Schieferkohlen

mit einem Geldaufwand pro 1 Ctr. von

0,577 gr. für Salz
0,334 „ „ Brennmaterial
1,255 „ „ Arbeitslöhne
0,0146 „ „ Schmiedeeisen.

Verschmelzen der Extractionsrückstände.

Zum Vorlaufen kamen:

1100 Ctr. Rckst.
451 „ Cu Lech
54,8 „ Cement Cu
32 „ Cu Gekrätz

verschmolzen in 11 Betriebstagen.

Auf 100 Ctr. Schmelzmasse verbrauchte man:

38,001 Ctr. Cu Lech.
87,314 „ Schieferkohle
1,685 Scheffl. Sinter.

Beim Verändern der Rohkupferschlacken:

950 Ctr. Schlacke
30,5 „ Gekrätz.

Auf 100 Ctr. Schlacke und Gekrätz verbrauchte m[an]

101,519 Ctr. Schieferkohle
1,835 „ Flussspath
31,269 „ Quarz.

Das ausgebrachte Rohkupfer enthielt:

4 Pfdthl. Ag u. 98,4 Pfd. Cu.

Die veränderte Schlacke:

3% Cu.

Beim Reduciren und Schlackenschmelzen wurden a[uf]
100 Ctr. des eigentlichen Vorlaufens verbraucht:

187,97 Ctr. Schieferkohle

1,946 Scheffl. Sinter
1,757 Ctr. Flussspath
: einem Geldaufwand pro 1 Ctr. von
in Summa 1 Thlr. 9,872 gr.

Der gesammte Geldaufwand betrug auf 1 Ctr. des entlichen Vorlaufens:

beim Extrahiren	1 Thlr.	6,6726 gr.
„ Schmelzen	— „	16,5601 „
„ Raffiniren	— „	0,0732 „
S.	1 Thlr.	23,3059 gr.

Metallausbringen.

Vom vorgelaufenen Ag wurden angesammelt:

im Brand Ag	79,491%
„ Cement Cu	0,951 „
in verkäufl. Zwischenprod.	4,980 „
„ Flugstaub	1,314 „
„ den Rückst. etc.	3,976 „
Gesammtverlust an Ag	9,288%.

Im 1. Halbjahr 62 war der Agverlust 13,57%. Davon nden sich:

im Roh Cu	9,82%
„ Cu Lech	2,81 „
in Schlacken	0,41%

Vom vorgelaufenen Cu wurden angesammelt:

im Roh Cu	72,37 %
„ Cement Cu	0,271 „
„ Cu Lech	19,833 „
„ verkäufl. Zwischenpr.	1,044 „
„ Flugstaub	0,396 „
„ Schlacken	2,853 „
Kupferverlust	3,23 %

Geldgewinn bei Verarbeitung des Kupfersteins 5,746%.

Gottesbelohnungshütte.

2) Zur Gottesbelohnungshütte [1]) im Mansfeld'-n ist das Augustin'sche Verfahren 1840—1849 zeitweilig die Stelle der Amalgamation (S. 260) getreten und 1849 der noch einfacheren und billigeren Ziervogel'schen sserlaugerei verdrängt. Während bei der Augustin'schen hode durchschnittlich 1½ Loth Ag pro Ctr. in dem aus

[1]) — Lan in B. u. h. Ztg. 1852. S. 409; 1853. S. 265. ... chsanstalt. 1852. Nr. 3. S. 201.

den Rückständen erhaltenen Gaarkupfer bleiben und durch mechanische Verluste verloren gehen, so lässt man bei der Amalgamation ebenfalls 1½ Loth Ag in dem Rückstandskupfer, verliert aber ausserdem noch ½ Loth auf mechanischem Wege, beim Rösten, Glühen des Amalgams und Raffiniren des Silbers.

Tajova. 3) Zu Tajova wurden bis zum Jahre 1850 die silberhaltigen Rohleche (II. 561) verbleit, dann bis 1853 nach AUGUSTIN's Methode [1]) extrahirt, wobei aber 20—24 % Silberabgang stattfand. Seitdem wurde die Extraction der Schwarzkupfer nach AUGUSTIN current eingeführt.

Die Leche mit 29—32 % Cu und 5,5—9,25 Loth Ag im Ctr. wurden in Haufen vorgeröstet, fein zerkleint, im Flammofen oxydirend fortgeröstet, chlorirend geröstet, das Röstgut gesiebt, mit heissem Wasser Chlorblei daraus ausgezogen, dann mit Kochsalzlösung das Chlorsilber etc.

Während man bei zweimaliger Verbleiung Steine mit 4—6 Loth Ag auf 3 Quintel Gehalt brachte, so betrug dieser Gehalt bei der Extraction nur 1¼ Quintel und alle Krätzen fielen weg.

III. Speiseextraction.

Schwierigkeiten dabei. §. 82. Allgemeines. Wegen des Antimon- und Arsengehaltes bietet die Extraction solcher Speisen nicht geringe Schwierigkeiten dar und das Silberausbringen lässt meist zu wünschen übrig. Jedoch hat man auch an manchen Orten zufriedenstellende Resultate erhalten (Stephanshütte).

§. 83. Beispiele.

Tajova. 1) Zu Tajova [2]) sind in den Jahren 1850—1854 Versuche über die Extraction des Silbers aus Kupferspeisen und einer Beschickung von solchen mit Kupferrohlechen abgeführt, aber wieder aufgegeben, weil sich dabei ein Sil-

1) Jahrb. d. geolog. Reichsanst. 1851. Nr. 1. S. 109; 1854. Nr. 2. S. 406. — B. u. h. Ztg. 1852. S. 5; 1855. S. 64.

2) Jahrb. d. k. k. geolog. Reichsanst. 1851. Nr. 1. — NEUMANN, die Extraction etc. 1863. S. 4. — Oestr. Ztschr. 1856. S. 387; 1857. S. 108.

berabgang bis zu 20 % herausstellte. Zur Zeit werden die rohen antimonialischen Speisen beim Verschmelzen der gerösteten Kupfersteine auf Schwarzkupfer zugeschlagen und letzteres extrahirt (S. 274).

2) Stephanshütte in Oberungarn. Aus silberhaltiger Fahlerzspeise (II. 559) mit 24—28 und Gelfspeisen mit 30—40 Pfd. Cu brachte FERIENTSIK [1]) durch Auslaugen mit heisser, eisenchloridhaltiger Kochsalzlauge das Silber gänzlich und das Kupfer mit 87 % aus. Die Rückstände enthielten 4 % Kupfer. Bei der Amalgamation (S. 247) solcher Speise hatte man 3—4 % Silberabgang.

Stephanshütte

Die silberhaltige Speise [2]) — 44 Sb, 27 Cu, 20 Fe, 3 S, 2 As, Bi, Co und Ni, Ag und Au (nur 0,0032) als Rest enthaltend — wird ohne allen Zuschlag bei einer niedrigeren Temperatur zur Umgehung von Silberverlusten in Posten von 9 Centnern 5 Stunden auf dem oberen und ebensolange auf dem unteren Herd eines doppelherdigen Röstofens verröstet, die Röstgröbe aus dem Mehl ausgehalten, grobgemahlen und zur Röstung der rohen Speisemehle gegeben. Dann werden die Mehle extrahirt, die Rückstände mit Eisenkies oder Lech nochmals 4—6 Stunden auf dem unteren Herd geröstet und abermals ausgelaugt. Die hierbei erfolgenden antimonreichen Rückstände mit 2—4 % Kupfer verschmilzt man mit 30—50 % Kies auf Kupferstein und antimonreiche Speise, welch ersterer mit etwa 7 % Cu beim Rösten der Speise zugeschlagen wird. Bei nur einmaliger Röstung der Speise ist die Kupferextraction unvollkommen.

In der neu angelegten, sehr zweckmässig eingerichteten Extractionsanstalt sind statt der Auslaugebottiche mit eisernen Reifen 4 grosse hölzerne Kästen von 11 F. Länge, 3 F. 10 Z. Breite und 2 F. 4 Z. Höhe vorhanden, welche nicht so kostspielig sind, weniger Raum einnehmen und eine Ersparung an Arbeitern gestatten. Die 4 Silberfällkästen haben jeder 13 F. Länge, 2 F. 5 Z. Breite und 2 F. Höhe und der Kupferfällkasten 13 F. Länge, 8 F. Breite und 12 Z. Höhe.

1) Bericht über die 2. Versammlung von Berg- und Hüttenmännern in Wien. 1862. S. 25, 82.

2) Analyse: B. u. h. Ztg. 1864. S. 323.

Auch zu Schmöllnitz[1]) hat man silberhaltige güldische Kupferspeise (II. 554) mit günstigem Erfolg extrahirt.

IV. Schwarzkupferextraction.

Dissse. §. 84. Allgemeines. Die Erfordernisse zum Gelingen der Schwarzkupferextraction sind im Wesentlichen dieselben, wie bei der Schwarzkupferamalgamation: ein möglichst bleifreies, nicht zu kupferreiches und etwas antimonhaltiges Schwarzkupfer, welches sich hinreichend fein zerkleinern lässt. Bei einem grösseren Bleigehalt bedarf es einer Reinigung des Schwarzkupfers durch Verblasen und einer Auslaugung des beim chlorirenden Rösten gebildeten Chlorbleies noch vor der vollständigen Chlorirung und Auslaugung des Silbers, weil ersteres nicht nur auf die Bildung von Chlorsilber schädlich einwirkt, sondern sich auch beim Laugen ausscheidet (S. 261). Bei Vertheilung bleiischer Schwarzkupfer auf eine grössere Menge bleifreier lassen sich die erwähnten kostspieligen Operationen zur Entfernung des Bleies umgehen und hinsichtlich der Entsilberung günstigere Resultate erzielen (Tajova).

§. 85. Beispiele.

ova. 1) Zu Tajova[2]) werden die silberhaltigen Kupferbleisteine der niederungarischen Hütten (S. 84), silberfreie Kupfererze (Gelferze) und silberhaltige Kupfererze auf Schwarzkupfer verschmolzen und dieses von den silberhaltigen Rohmaterialien der Kochsalzlaugerei unterworfen.

a) Die silberhaltigen Kupfererze verschmilzt man mit 80 % Kalk (Beschickung mit 12 Pfd. Cu und 0,045 Münzpfund Ag im Ctr.) auf 24 % Stein mit 45 Pfd. Cu und 0,140 Münzpfd. Ag und 3—4 % antimonialische Speise mit 80 Pfd. Cu und 0,250 Münzpfd. Ag. Der in 11 bis 12 Feuern geröstete Stein wird mit 10—12 % roher Speise und gerösteten Oberlechen (Dünnstein) auf 40—43 % Schwarzkupfer mit 80—85 % Cu und 0,250—0,260 Münzpfd. Ag

1) Leob. Jahrb. 1861. XI. 154. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 280.

2) Neumann, die Extraction etc. 1863. S. 1. — B. u. h. Ztg. 18[illegible] S 286; 1861. S. 326; 1862. S. 18, 39; 1864. S. 102. — Oe[illegible] Ztschr. 1860. Nr. 36; 1861. Nr. 9. 16.

und 20 % Oberlech mit 50—60 Pfd. Cu und 0,070—0,090 Münzpfund Ag durchgestochen. Ein solches zur Entsilberung kommendes bleifreies Schwarzkupfer enthielt 86,60 Cu, 0,25 Ag, 7,40 Fe und 5,30 Sb. Die Extraction von Rohlech (S. 272) und Speise (S. 272) für sich oder in Gemeinschaft hat sich weniger vortheilhaft erwiesen, als die Extraction des aus beiden hergestellten Schwarzkupfers.

b) Die bleiischen Kupfersteine mit 40 % Cu werden 10—12mal geröstet, mit quarzigen Kupfererzen auf wenig Oberlech und bleiisches Schwarzkupfer von folgender Zusammensetzung durchgesetzt:

	I.	II.	III.
Ag	0,28	0,21	0,49
Cu	80,01	79,50	77,17
Pb	10,06	11,40	11,10
Fe	1,40	1,57	2,85
Sb	8,10	6,41	0,23.

Bei einer separaten Verarbeitung der durch Verblasen gereinigten und nach der theilweisen chlorirenden Röstung durch Auslaugen mit heissem Wasser von Chlorblei grösstentheils gereinigten Schwarzkupfer entstand bei bedeutenden Kosten ein Silberverlust bis zu 17 %, welcher auf etwa 5 % herabgegangen ist, seitdem man die unverblasenen bleiischen Schwarzkupfer in gewissem Verhältniss den bleifreien (seit 1860) zugetheilt hat.

Das derzeitige Extractionsverfahren erfordert nachstehende Operationen:

a) Zerkleinerung des Schwarzkupfers. Das Schwarzkupfer wird in breiartigem Zustande aus dem Stechherde ausgeschöpft, auf einer kalten Gusseisenplatte ausgebreitet, mit hölzernen Hämmern theils zerklopft, theils zerrieben, durchgerättert, das Durchgegangene unter Erbsengrösse einem Stampfwerk übergeben und die Gröbe beim nächsten Abstechen in den Stechherd eingerührt. Ein Granuliren hat sich weniger gut bewährt. Das Feingestampfte wirft man durch ein Sieb mit 20 Maschen auf den Zoll, gibt das Siebfeine gleich zur Verröstung, das Mittelmehl zur Mühle und die Gröbe zum nochmaligen Stampfen. Man

pocht in 12 Stunden etwa 7 Ctr. und mahlt auch eine gleiche Quantität.

b) Rösten. Die Mehle werden in Posten von 300 Pfd. bleifreien und 100 Pfd. bleihaltigen Schwarzkupfern in geradem Verhältniss zu dem Kupfer, hauptsächlich aber zu dem Silbergehalte mit gemahlenem Kochsalz gemengt, z. B. bei 0,280 Münzpfd. Ag mit 40 Pfd. = 10 %, und auf dem oberen Herd eines mit Gurtenrost (I. 479) versehenen Mansfelder Doppelofens (Bd. I. Taf. X. Fig. 243, 244; Bd. IV. Taf. III. Fig. 70—73) ausgebreitet. Nach etwa 1 Stunde muss das Mehl erglühen und dann im Ganzen 5 Stunden bei wiederholtem Durchkrählen und Wenden in Rothgluth erhalten werden, ohne dass Sinterung eintritt. Dann erfolgt das Gaarrösten zunächst bei höherer Temperatur (lebhafter Rothgluth) auf dem unteren Herde während 2 Stunden, hauptsächlich um die antimonsauren Salze zu zersetzen, wobei man, wenn die Mehle dunkler zu werden beginnen, Kohlenklein oder Reisig zusetzt. Hierdurch wird eine solche Temperatur erzeugt, dass die Rostfeuerung bis etwa $1\frac{1}{2}$ Stunden vor dem Herausziehen der Röstpost unterlassen werden kann, dann aber dieselbe wieder stattfinden muss. Eine halbe Stunde nach dem Wiederbeginn derselben werden die Mehle bei eingestellter Feuerung gewendet, noch $\frac{1}{4}$ bis $\frac{1}{2}$ Stunde gefeuert, bis ein beginnendes Erweichen der Masse eintritt, dann die Feuerung ganz eingestellt, die Post noch während dieser Abkühlungsperiode $\frac{1}{2}$—$\frac{3}{4}$ Stunden bei Luftzutritt durchgekrählt, um eine möglichst vollständige Oxydation zu bewirken, dann das Röstgut ausgezogen, so dass die ganze Röstdauer durchschnittlich 10 Stunden beträgt. Röstdauer und Temperatur richten sich nach der Beschaffenheit der Geschicke und sind durch scharfe Beobachtung der Rösterscheinungen, sowie durch Combination der erhaltenen Röstungs- und Extractionserfolge genau festzustellen.

c) Sieben des Röstgutes. Das abgekühlte Röstgut wird, zur Verhütung des Stäubens mit Extractionslauge schwach angefeuchtet, in einem messingnen Cylindersieb mit 20 Maschen auf den Zoll gesiebt, das Siebfeine extrahirt, die Siebgröbe gemahlen und beim Rösten nochmals zugesetzt.

d) Extraction des Röstgutes. Eine halbe Röstpost (200 Pfd. roh oder 260 Pfd. geröstet) wird in je eins der Auslaugegefässe *F* (Taf. III. Fig. 66, 67) gethan, welche in 2 parallelen Reihen auf Bühnen stehen. Die innen cylindrischen, aussen kegelförmig zulaufenden, mit 3 eisernen Reifen versehenen Auslaugegefässe von Eichenholz haben bei 2 F. äusserer Höhe und 3 F. lichtem Durchmesser am Boden ein Holzkreuz *t* (Fig. 68), unter welchem ein $1^1/_2$ Z. hoher leerer Raum bleibt; darauf befindet sich ein 1 Z. dicker durchlöcherter Holzboden *u*, auf welchen eine 1 Z. hohe Lage Birkenreisig *v* kommt, die wieder mit einem Leinwandfilter *w* (einem mit Leinwand überspannten Holzreifen) bedeckt ist. Letzteres, an den Seiten mit Werg verstopft, nimmt die gleichmässig zu vertheilenden Schwarzkupfermehle auf, welche zur Vertheilung des Laugenstrahles mit einem Schwimmer *x* bedeckt werden. Auf der wasserdichten schrägen Bühne werden die verzettelten silberhaltigen Laugen aufgefangen. Anfangs lässt man, so lange die Mehle noch nicht völlig damit getränkt sind, nur einen schwachen Strahl von Extractionslauge bei nur wenig geöffneter Abflusspipe zu, dann wird der Zu- und Abfluss so regulirt, dass der Laugenstand in den Bottichen auf gleicher Höhe bleibt. Die Kochsalzlauge, mittelst der Pumpe *A* in den von Mauerwerk umgebenen und zu erhitzenden Laugenkessel *C* aus einem Reservoir gepumpt, fliesst von 21—23° Beaumé Dichtigkeit und bis 40—45° R. erhitzt durch die Pipe *c* in die Rinne *a* und aus dieser durch die Rinne *g* in die über sämmtliche Laugegefässe hinlaufende Röhre *k*, welche die Lauge durch eine Pipe *i* (Fig. 68) auf den Schwimmer *x* entlässt. Die Reichlauge lässt man so lange durch die Pipe *l* in die Rinne *n* und von da in die Silbergefällgefässe abfliessen, bis eine unter die Pipe gebrachte blanke Kupferplatte nach 4 Min. sich nur noch schwach mit Silber belegt. Man stellt alsdann etwa nach 8 Stunden den Laugenzufluss ein, bis die Reichlauge völlig abgeflossen ist, wendet die Mehle auf dem Filter mit einer Schaufel, breitet sie gleichmässig aus und beginnt eine zweite Laugung mit heisser Kochsalzlösung, wobei man die erfolgende Armlauge durch die Pipe *m* in die Rinne *o* und von da in die Kupferfällgefässe ab-

fliessen lässt. Die zweite Laugung ist beendigt, wenn eine blanke Kupferplatte nach 15 Min. von der Armlauge nicht merklich mit Silber beschlagen ist, worauf dann noch eine Laugung mit heissem Wasser folgt, welches, mittelst der Pumpe *B* (Fig. 67) in den Wasserkessel *D* geschafft, durch die Pipe *e* in die Rinne *b*, von da durch *h* in die Röhre *d* (Fig. 68) fliesst und dann durch die Pipe *I* auströpfelt. Die Dauer der zweiten Laugung beträgt 7 Stunden, die Gesammtdauer der Laugung richtet sich nach der Menge der eingesetzten Mehle, dem stärkeren oder schwächeren Laugenzufluss, der Temperatur und Sättigung der Kochsalzlauge, dem Silbergehalt und Verröstungsgrad der Mehle u. a.

Die aus den Lauggefässen genommenen Rückstände dürfen, um absetzbar zu sein, nicht mehr als 0,009 Münzpfd. (4 Denair) Silber enthalten; ist der Silberrückhalt grösser, so stürzt man sie an einem möglichst warmen Orte ab, überlässt sie daselbst einer von selbst eintretenden weiteren Chlorirung und laugt sie nochmals aus. Chargen von 26 bis 28 Ctr. Rückständen mit 60—62% Cu werden mit 12 bis 14 Ctr. Oberlechen mit 45—52% Cu, 6—10 Ctr. Spleissschlacken und 5—10 Ctr. Abzugskupfern im Spleissofen auf Schwarzkupfer verschmolzen.

e) Fällung des Silbers. Der Silberfällapparat für die Reichlaugen besteht aus 6 unabhängig von einander arbeitenden Fällsystemen, jedes mit 3 Bottichen *N*, N^{I}, N^{II} von 2 F. Höhe und 2 F. Weite. Die Filtrirvorrichtungen sind dieselben, wie bei den Auslaugegefässen, nur erhält N^{II} zwei Filter. *N* bekommt die feinsten, N^{I} gröbere, N^{II} auf dem oberen Filter gröbere und auf dem unteren die gröbsten Kupfergranalien im Gesammtbetrag von 400 Pfd. Je gröber die Granalien, um so höher kann deren Lage sein. Die Reichlauge gelangt aus den Lutten *n* durch Querlutten *r* in die Sammellutte *H* (Fig. 69), fliesst durch die Pipe *β* in *N*, deren Abflusspipe *α* erst geöffnet wird, sobald die Lauge bis an das Abfallgerenne *γ* gelangt ist. Dann fliesst die Lauge in ähnlicher Weise durch N^{I} und N^{II}, und hierauf von allen Systemen in die Sammellutte *J*. und von da auf die Kupferfällung, zu welcher auch die Armlauge aus *o* (Fig. 68) und das Waschwasser aus den Auslauge-

gefässen direct gelangt. Eine unter den Reichlaugenlutten angebrachte Rinne bringt die verzettelte Lauge gleichfalls in die Kupferfällung. Lässt das in Gestalt eines Kuchens sich auf dem Kupfer absetzende moosartig zusammenhängende Fällsilber bei 1—2 Z. hoher Lage die Lauge nur noch unvollständig durch, so nimmt man dasselbe heraus, schlemmt mit heissem Wasser die anhaftenden Oxychloride ab und schmilzt es ein, nachdem dasselbe gepresst und getrocknet. Das Abgeschlämmte wird mit Kochsalzlauge, Kupferkugeln und Quecksilber 24 Stunden lang in einem rotirenden Quickfass behandelt, aus dem Amalgam das Silber in gewöhnlicher Weise gewonnen und der zurückbleibende silberarme Schlamm den Röstposten in geringer Menge zugetheilt.

f) Kupferfällung. Man lässt die kupferhaltigen Laugen durch einen mit Scheidewänden versehenen Kasten circuliren, dessen oberste Lutten altes Gusseisen, die mittleren altes Schmiedeeisen und die untersten Blechschnitzel enthalten. Je grösser der Fall der Lutten, um so rascher findet die Entkupferung statt. Das Cementkupfer wird auf einem Durchschlage von Kupferblech von Eisenstücken befreit, dann gepresst und bei seinem Silbergehalt für sich chlorirt und extrahirt.

In den Jahren 1859—1860 brachte man direct 79,69 % Ag aus, in noch nutzbaren Producten entblieben 15,35 % und der Manipulationsabgang und Abgang in den Rückständen ergaben sich zu 4,96 %. Die Extraction eines Münzpfundes Silber aus dem Schwarzkupfer kostete 13 Gulden 96 Kreuzer und die Extractionskosten pro Centner Schwarzkupfer mit 77,22 Pfd. Cu und 0,339 Münzpfd. Ag betrugen 3 Gulden 90 Kreuzer.

Schmöllnitz

2) Zu Schmöllnitz[1]) wird das Schwarzkupfer (II. 555) granulirt, gepocht, gemahlen, mit 12 % Kochsalz geröstet, und in gewöhnlicher Weise extrahirt. An den Apparaten sind mancherlei Verbesserungen angebracht, z. B. hat ROESZNER ein Steigröhrensystem zur Regulirung des Laugenflusses eingeführt, die Fällbottiche sind aus Eichen-, statt Tannenholz

1) Leoben. Jahrb. 1861. Bd. XI. — Analysen v. Producten: B. u. h. Ztg. 1864. S. 322.

hergestellt etc. Die Rückstände werden mit 2—3 Denair-Silber zur Kupfergewinnung abgegeben. Man röstete im 1860 mit 1,25 % Brennstoff, hatte 2,84 % Metallabgang und auf alle Entsilberungsarbeiten pro Ctr. roher Mehle 1 Guld. 28,88 Kr. reine Manipulationskosten.

Zweites Kapitel.

Ziervogel'sche Wasserlaugerei.

Wesen des Prozesses. §. 86. Allgemeines. Dieser einfachste und billigste aller Silberextractionsprozesse gründet sich auf die Umwandlung des in der zu extrahirenden Substanz als Schwefelsilber enthaltenen Silbers in Silbervitriol, indem die dazu erforderliche Schwefelsäure dampfförmig aus schwefelsauren Salzen ausgetrieben wird, welche sich aus mit dem Schwefelsilber verbundenen anderen Schwefelmetallen, namentlich Schwefelkupfer und Schwefeleisen, in der Rösthitze gebildet haben. Der Silbervitriol wird dann mit heissem schwefelsäurehaltigen Wasser ausgelaugt und aus der Lösung das Silber durch Kupfer gefällt.

Anwendbarkeit des Prozesses. Die Vollkommenheit der Entsilberung hängt ganz allein von dem Resultat des sehr subtilen Röstprozesses ab und es haben darauf nachstehende Umstände einen wesentlichen Einfluss [1]):

1) Der Gehalt an Schwefelkupfer und Schwefeleisen. Mit Vortheil ist dieser Prozess bislang, so weit bekannt geworden, nur mit den Mansfelder Kupfersteinen (II. 535) ausgeführt, welche an 80 % Halbschwefelkupfer (Cu^2S) mit etwa 65 % Cu, 0,4 % Schwefelsilber und nur 11 % Schwefeleisen enthalten. Beim Rösten solcher Steine bildet sich zunächst hauptsächlich schwefelsaures Eisenoxydul und dann schwefelsaures Eisenoxyd, welches sich im Laufe der weitern Röstung in Eisenoxyd und freie Schwefelsäure zerlegt.

1) Plattner's Röstprozesse. 1856. S. 140.

Während der letzteren Vorgänge wird das Cu^2S theils durch den Sauerstoff der Luft, theils und hauptsächlich durch die schwefelsauren Dämpfe aus dem Eisensalz in Kupfervitriol verwandelt, welcher bei steigender Temperatur sich dann ebenfalls in Kupferoxyd und dampfförmige Schwefelsäure zerlegt. Erst in dieser Periode, wo alles Schwefeleisen in Eisenoxyd verwandelt ist und aus dem sich zersetzenden Kupfervitriol Schwefelsäure dampfförmig frei wird, bildet sich hauptsächlich nur durch letztere aus dem Schwefelsilber Silbervitriol, so dass also bei Verröstung von Kupfersteinen das Schwefelkupfer die Hauptrolle zur Silbervitriolerzeugung spielt.

Tritt der Gehalt an Schwefelkupfer stark zurück und nimmt der an Schwefeleisen, namentlich an niedrig geschwefeltem überhand, so findet die Silbervitriolbildung nur unvollkommen statt und man erhält reiche Rückstände. Erfahrungen dieser Art hat man in Schemnitz[1]) mit Rohsteinen (S. 74) gemacht, welche, beim Verschmelzen dasiger Kiesschliege mit armen Erzen und den eisenreichen Extractionsrückständen gefallen, nur 1,5 % Schwefelkupfer, dagegen 88 % Schwefeleisen enthielten. Diese Leche wurden zur Umgehung der Verbleiung (S. 74) mit aller Sorgfalt geröstet, der gebildete Silbervitriol mit heissem Wasser extrahirt, die Rückstände nach PLATTNER's Methode mittelst Chlors entgoldet und die dabei erfolgenden Rückstände beim Rohschmelzen zugeschlagen. Aus ihnen reducirte sich dabei viel Eisen und es entstand der obige kupfer- und schwefelarme, aber eisenreiche Rohstein, welchem es zur erforderlichen Silbervitriolbildung durch dampfförmige Schwefelsäure an Schwefelkupfer fehlte. Das Schwefeleisen liefert zwar erstere auch, aber die Zersetzung des Eisensulphates erfolgt zum grossen Theil noch vor dem Beginn der Silbervitriol-

1) Oestr. Zeitschr. 1857. S. 329; 1858. S. 86; 1861. S. 314; 1862. Nr. 39 (NEUMANN's Stammbaum); 1864. Nr. 9 u. 30. — Bericht über die 1. Versammlung von Berg- u. Hüttenmännern in Wien. 1859. S. 53; desgl. 2. Versammlung. 1862. S. 25, 89. — B. u. h. Ztg. 1857. S. 416; 1861. S. 60; 1864. S. 103, 150. — O. NEUMANN, die Extraction oder die Gewinnung der Metalle auf nassem Wege. 1863. S. 54.

bildung. Zudem war durch Eisenreduction aus den Extractionsrückständen der Schwefelgehalt herabgedrückt. Während man aus den Mansfelder Kupfersteinen über 91 % Ag ausbringt, so erzielt man aus den Schemnitzer Rohsteinen nur 73—75% Ag.

Wie Versuche im Mansfeld'schen[1]) ergeben haben, ist zwar bei einem geringeren Eisengehalt der Kupfersteine die Entsilberung vollkommener und sicherer, als bei einem grösseren, aber ganz eisenfreie Steine, wenn sie überall vorkämen, würden schwieriger anrösten und längere Zeit zur Bildung von Kupfervitriol erfordern, weil es an aus Eisenvitriol sich entwickelnden, kräftig oxydirenden schwefelsauren Dämpfen fehlte. Ein über gewisse Grenzen nicht hinausgehender Schwefeleisengehalt wirkt demnach förderlich.

2) Der Gehalt an fremden Substanzen. Diese sind hinsichtlich des Silberausbringens schädlich

a) durch Bildung von Sinterknoten beim Rösten (Schwefelblei, Schwefelantimon). Bis 2 % PbS in den Mansfelder Kupfersteinen schadete nicht merklich;

b) durch Disposition des Silbers zur Verflüchtigung[2])
(Zink, Antimon, Arsen, I. 93);

c) durch Bildung von im heissen Wasser unlöslichen Silbersalzen[3]) (antimonsaures und arsensaures Silberoxyd). Diese Salze werden durch dampfförmige Schwefelsäure nur schwierig vollständig zerlegt, und zersetzen sie sich bei höherer Temperatur (z. B. antimonsaures Silberoxyd), so scheidet sich das Silber metallisch aus und ist zur Verflüchtigung sehr geneigt (I. 90, 93). Markus[4]) hat, aber wie es scheint nicht mit hinreichendem Erfolge, versucht, beim Rösten einen Antimon- und Arsengehalt aus Rohlechen durch passende Luftzuführung, Dauer und Temperatur grösstentheils zu verflüchtigen und durch dauernde Erhaltung von schwefelsaurem Kupferoxyd die Bildung von Silbervitriol und die Zersetzung von entstandenem antimonsauren Silberoxyd herbeizuführen.

1) Steinbeck in Preuss. Ztschr. XI, 113.
2) Plattner's Röstprozesse. S. 158, 168.
3) Ibid. S. 168.
4) Oestr. Ztschr. 1857. S. 329. — B. u. h. Ztg. 1857. S. 416.

Desgleichen scheint ein beim Rösten antimon- und arsenhaltiger Substanzen nach MARIAN's und PATERA's [1]) Vorschlag gegebener Zusatz von Eisenvitriol zur Bildung von in Wasser unlöslichem antimon- und arsensauren Eisenoxyd im Grossen nicht zur allgemeinen Anwendung gekommen zu sein.

3) Der Gehalt an metallischem Kupfer (I. 710), dessen Silbergehalt nicht zur Ausziehung kommt (S. 264). Man wirkt einer Ausscheidung von Kupfer durch Concentriren der Steine im Flammofen (II. 362, 374, 516) und Granuliren derselben (II. 534) entgegen, wo sich dann bei der plötzlichen Abkühlung weniger leicht Kupfer ausscheidet (I. 709).

Danach ist bis jetzt das Vorhandensein sehr reiner kupferreicher Leche, wie sie im Mansfeld'schen fallen, das Haupterforderniss zum Gelingen des Ziervogel'schen Prozesses geblieben und hat dieser Umstand, verbunden mit der schwierigen Leitung des ein sehr feinzertheiltes Röstgut und eine zweckentsprechende Röstofenconstruction verlangenden Röstprozesses, einer allgemeineren Anwendung dieses einfachen und billigen Prozesses entgegengewirkt. Nach den bisherigen Erfahrungen ist der Prozess namentlich für Silbererze meist nicht anwendbar, weil dieselben entweder Antimon, Arsen, Blei und Zink in grösserer Menge enthalten oder in ihnen das Schwefelkupfer fehlt.

§. 87. Entsilberung der Mansfelder Kupfersteine zur Gottesbelohnungshütte.

Vergleichung der Wasserlaugerei mit der Amalgam und Kochsalzlaugerei.

Nachdem die Ziervogel'sche Methode[2]) einige Zeit neben der Augustin'schen (S. 271) vergleichungsweise ausgeführt worden, kam erstere von 1849 an zur alleinigen Anwendung, weil sie einfacher und billiger war, namentlich auch geringere Röstkosten und Arbeitslöhne erforderte, die Laugerei schneller ging und das Silberausbringen zunahm, wie aus Nachstehendem hervorgeht: es betrug der Silbergehalt des

---

1) Oestr. Ztschr. 1857. S. 126.

2) Ausser den Bd. II. S. 516 angegebenen Citaten vid.: v. GRODDECK in B. u. h. Ztg. 1864. S. 341. — PELTZER und GREINER in Rev. univers. 8 an. 3 livr. p. 424. (1864).

aus den entsilberten Rückständen erhaltenen Gaarkupfers in den J. 1846—1849, in welchen Amalgamation und Kochsalzlaugerei gleichzeitig im Gange waren, im Centner 0,0388—0,0631 Pfd., dagegen in 1861 beim Ziervogel'schen Prozess nur 0,0215 Pfd. Der Arbeitsverlust auf 100 Mark wirklich in Arbeit gebrachtes Silber betrug bei der Amalgamation (1837—1840) an 9,4722%, bei der Augustin'schen Extraction in 1845—1846 an 7,933% und bei der Wasserlaugerei in 1855—1858 nur 0,8025%.

Operationen. Die Wasserlaugerei umfasst nachstehende Operationen:

Mahlen der Kupfersteine. 1) Zerkleinerung der Kupfersteine. Die im Flammofen concentrirten und granulirten Kupfersteine (II. 535) — durchschnittlich mit 80 Halbschwefelkupfer (darin 65% Cu) 11 Schwefeleisen, 2 Schwefelblei, 5 Schwefelzink, 0,2 Schwefelmangan, 0,5 Schwefelnickel, 1 Schwefelkobalt und 0,4 Schwefelsilber — werden zwischen Granitsteinen so weit gemahlen, dass das Feine durch Siebe mit 33 Löchern per Linearzoll hindurchgeht. 2 Mahlgänge mit 2 F. 9 Z. grossen Mühlsteinen lieferten in 1860 per Tag 73,56 Ctr. Mehl und 73,15 Ctr. Granalien; die Kosten für Mahlen etc. von 100 Ctr. Granalien betrugen 1 Thlr. — 1 Thlr. 26 gr.

Röstung. 2) Röstung der Mehle.[1]) Dieselbe geschieht in den

Doppelöfen. sogenannten Doppelöfen, bei deren älterer Einrichtung (Bd. I. Taf. X. Fig. 243, 244) die Feuergase aus dem unteren in den oberen Herd gelangten, während sie bei der neueren (Bd. IV. Taf. III. Fig. 70—73) direct in die Flugstaubkammern treten und der obere muffelförmige Herdraum nur durch die Wärmeleitung vom unteren Herd und von der durch Oxydation der Schwefelmetalle erzeugten Wärme erhitzt wird. Es ist in Fig. 70—73: *a* unterer Herd, 6 Z. dick aus feuerfesten Steinen hergestellt und auf einer 6zölligen Lehmschicht ruhend. *b* Fuchs mit Schieber *c* im Niveau der Flugstaubkammern *d*, aus welchen die Röstgase durch einen senkrechten Canal *e* in ein System von horizontalen Zügen *f* im oberen Stockwerk des Rösthauses tre-

1) Plattner's Röstprozesse. 1856. S. 20, 140. — Steinbeck in Preuss. Ztschr. XI, 95. — B. u. h. Ztg. 1863. S 37. — Oestr. Ztschr. 1864. S. 218.

. Auf diesen mit eisernen Platten · bedeckten Zügen
rden die entsilberten Rückstände in Batzenform (II. 535)
rocknet und aus ihnen ziehen die Gase zuletzt in eine
l Fss. hohe, für 7 Röstöfen gemeinschaftliche Esse. *g*
chenfall, mittelst einer bei *h* zu richtenden Klappe *i* durch
ı Zug *k* mit dem Hauptcanal *l* in Verbindung, welcher
h unter sämmtlichen Oefen hinzieht und mit der atmo-
lärischen Luft communicirt. Je nach den Witterungs-
·hältnissen wird mittelst des Schiebers *c* und der Klappe *i*
r Luftzutritt unter den Rost regulirt. *m* Arbeitsöffnung
: den untern Herd, mit Gezähwalze davor. *n* zum oberen
ərd führender und während der Röstung mit einer Eisen-
atte verschlossener Canal zum Herablassen der Röstpost
ıf den untern Herd. *o* oberer Herdraum. *p* Arbeitsöffnung
ır denselben. *q* Fuchs, in die Flugstaubkammern führend.
Kiesfüllung. *s* Sandsteinplatten. *t* Canal zum Ausräumen
er Asche und mit dieser stets geschlossen gehalten.

In diesen Oefen hat die Rostfläche $12^1/_4$, das Flamm-
ıch 2,08, die Herdfläche 75 und die Fuchsöffnung 1 Q. F.
'lächenraum und durch etwa den halben Flächenraum der
ırbeitsöffnung tritt gleichfalls Luft zu.

Muffelöfen.

Behuf Benutzung der beim Rösten entwickelten schwef-
igen Säure zur Schwefelsäurebereitung werden noch nicht
bgeschlossene Versuche in Muffelröstöfen ausgeführt. Es
ıuss die Erfahrung noch bestätigen, ob die Nachtheile der
etzteren — weniger leichte Regulirung der Temperatur, Er-
itzung des Röstgutes von unten und in Folge dessen leichtere
'rittung — sich in gewünschtem Masse werden beseitigen
assen.

Parkes' Röstofen.

Zu Schemnitz[1]) angestellte Röstversuche im Parkes'-
chen Doppelofen mit rotirendem Herde (I. 517) liessen nicht
lie erforderliche vitriolisirende Röstung zu.

Beschickung.

Zu jeder Röstpost nimmt man 5 Ctr. (6 Kästen) Kupfer-
teinmehl, 70 Pfd. reiche Rückstände, — welche durch un-
vollkommene Entsilberung auf 1 Ctr. Kupfer daraus 1 Lth.
lg und darüber enthalten und dem Zusammensintern beim
Beginn des Röstens entgegenwirken —, 25 Pfd. ausgelaugte

1) Neumann, Extraction. 1863. S. 59. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 103.

Röstknoten und je nach dem Vorrath 4 Pfd. Ofensohle — ein Nebenproduct der Röstarbeit — und 4 Pfd. Silberkrätze aus der feingepochten silberhaltigen Herdmasse des Silberfeinbrennofens (S. 216). Eine Probe roher Beschickung enthielt ohne den Sauerstoffgehalt nach Steinbeck: 19,326 S, 58,006 Cu, 9,182 Fe, 2,480 Pb, 0,2856 Ag, 4,312 Zn, 0,1527 Mn, 0,4395 Ni, 0,836 Co, 1,084 unlösliche Rückstände. Man vertheilt zunächst Ofensohle und Silberkrätze auf die 500 Pfd. (6 Kästen) Rohmehl und trägt die Beschickungsbestandtheile in folgender Ordnung in den erhitzten oberen Herdraum des Röstofens ein: 1 Kasten (70 Pfd.) feuchte Laugerückstände, 3 desgleichen Rohmehl, 1 desgl. ausgelaugte Knoten (25 Pfd.), 3 desgl. Rohmehl und 1 desgl. Laugerückstände.

Vorröstung. a) Vorröstungs- oder Entschweflungsperiode. Die Masse wird mittelst einer 12 Z. langen und 3 Z. breiten Krücke bei herausgehobener Arbeitswalze — wodurch die Arbeitsöffnung zugänglicher gemacht wird — auf dem Herd ausgebreitet, die Walze wieder vorgelegt, die Röstmasse behuf des Trocknens $^1/_4$—$^1/_2$ Stunde unberührt gelassen, dann etwa 5 Pfd. Braunkohlenkläre über die Röstmasse zur Beschleunigung der Anröstung, welche bei schwefeleisenärmerer Beschickung schwieriger eintritt, als bei eisenreicherer, ausgebreitet und die nun trockne Beschickung mittelst eines $13^1/_2$ Z. breiten und $7^1/_2$ Z. hohen Krähls mit 4 Zinken von 1 Z. Breite und $^3/_4$ Z. Stärke eine Stunde lang systematisch durchgekrählt. Dabei gebildete Klümper sucht derselbe Röster mittelst eines unter den Walzen durch an die Ofenwand zur Seite gelegten Klöppels (einer 12 F. langen und mit Holzgriff versehenen Stange von 1zölligem Quadrateisen) zu zerschlagen. Eisenärmere Beschickungen geben weniger leicht Knoten, als eisenreichere, indem dieselben hauptsächlich durch Zersetzung des schwefelsauren Eisenoxyduls zu basisch schwefelsaurem Eisenoxyd entstehen, welches grosse Neigung zum Zusammensintern hat. Solche Knoten lassen sich leichter zerkleinern, als die in der letzten Periode aus zusammengefritteten Schwefelmetallen bestehenden und hat dann eine eisenärmere Beschickung keinen Einfluss darauf. Da die durch die Arbeitsöffnung eintretende Luft dem Fuchse zueilt, so schreitet hier die Röstung stärker

r, als an der entgegengesetzten Seite, weshalb man nach
stündigem Krählen die Masse mittelst der 15 Z. langen
d 10 Z. breiten Röstschaufel, an einem 12 F. langen
senstiel mit 3 F. langem Holzgriff befestigt, während
Stunde wendet (translocirt), dann ein zweiter Röster
ichfalls eine Stunde krählt, die Klümper zertheilt und
an wendet, worauf der erste Röster wieder an die Reihe
mmt. Auf diese Weise wird die Röstpost je nach dem
schluss der Röstarbeit auf dem unteren Herd $5^1/_2$—$5^3/_4$ Stunn behandelt. Sobald von der Mannschaft des unteren
erdes ein Zeichen gegeben wird, mengt man durch Krähn 25 Pfd. Braunkohlenkläre in das Röstgut auf dem oberen
erd ein, welche lebhaft erglüht und brennende Gase entst, zieht die Masse mittelst der Krücke nach vorn zusamen und lässt sie auf ein zweites Zeichen von unten durch
en Canal *n* nach abgehobenem Deckel auf den unteren
erd gleiten, worauf das Eintragen einer neuen Post auf
en oberen Herd geschieht.

Die Zeitdauer der einzelnen Manipulationen ist folgende:

Eintragen und Trocknen der Beschickung	$^1/_2$	St.
Krählen des ersten Rösters	1	„
Wenden der Post	$^1/_4$	„
Krählen des zweiten Rösters	1	„
Wenden der Post	$^1/_4$	„
Abwechselndes Krählen beider Röster	$2^1/_4$	„
Einmengen von Kohle und Entleeren des Oberherdes	$^1/_4$	„
S.	$5^1/_2$	St.

Nach $^1/_2$stündigem ersten Krählen zur Nachtzeit und
ach $^3/_4$ Stunden bei Tageszeit fängt in Folge verbrennenden
Schwefels die Masse an, von den Rändern nach der Mitte
hin zu erglühen, in welcher letzteren das Röstgut höher liegt,
als am Rande; gleichzeitig wird die etwa $2^1/_2$ Z. hohe Mehlge[1]) mit fortschreitendem Erglühen in Folge verbrennenen Schwefels immer lockerer (wollig) und erhebt sich auf
$^1/_2$—4 Z. Später zeigen sich keine besonderen Erscheiungen mehr.

1) Einfluss der Korngrösse und Mehlhöhe der Post: Bd. I S. 70.

Chem. Vorgänge beim Vorrösten.

Nach den Untersuchungen von PLATTNER[1]) und namentlich auch von STEINBECK (c. l.) bilden beim Vorrösten sämmtliche Schwefelmetalle, ausser Schwefelsilber, zunehmend Vitriole; gegen Ende dieser Periode werden sowohl Eisen-, als Zinkvitriol zersetzt, von denen sich letzterer in reichlicherer Menge gebildet hat, als ersterer. Die Sulfate von Kupfer, Nickel, Kobalt und Mangan zerlegen sich nicht. Bei der von Anfang an lebhaften Röstung ist nach $1^1/_4$ Stunden das zu Sinterungen führende Temperaturmaximum von 425^0 C. erreicht und nach 2 Stunden sind nur noch $37^0/_0$ des ursprünglich an Metall gebundenen Schwefelgehaltes vorhanden, welcher am Schlusse der Periode auf $5^0/_0$ herabgeht. In Folge der bedeutenden Verflüchtigung von Schwefel als schweflige Säure gleich zu Anfang der Röstung nimmt nur eine kleinere Menge desselben an der Sulphatbildung Theil. Durch Einwirkung der Luft und der aus dem zersetzten Eisenvitriol entwickelten schwefelsauren Dämpfe auf die nicht unbedeutende Menge unzersetzten Schwefelkupfers erzeugt sich viel Kupferoxydul (I. 22), welches erst dann mehr oder weniger in Oxyd übergeht, wenn der grösste Theil der Schwefelmetalle zersetzt ist. Bleibt bei unvollkommenem Luftzutritt Kupferoxydul, sowie auch Eisenoxyduloxyd in den späteren Perioden im Röstgut, so wirken dieselben einestheils zerlegend auf bereits gebildetes schwefelsaures Silberoxyd unter Erhöhung der Silberverflüchtigung ein, anderestheils würde auch beim Auslaugen des Silbervitriols mit Wasser durch das Kupferoxydul metallisches Silber ausgefällt werden.[2])

Oxydationsperiode.

b) Oxydationsperiode. Ohne in der ganzen Periode zu feuern, wird das Röstgut auf dem noch hellrothglühenden unteren Herd ausgebreitet und, damit die Temperatur durch rapide Oxydation des noch rückständigen Schwefels nicht noch mehr steigt und die eingemengte Braunkohle nicht auf Kosten des Sauerstoffs der Luft verbrennt, bei ganz geschlossener Registerklappe 1 Stunde lang von einem sehr erfahrenen Ober- oder Vorröster, dem 2 gewöhn-

1) PLATTNER's Röstprozesse 1856. S. 20, 140.
2) PLATTNER's Röstprozesse. S. 120, 140.

liche Röster zur Seite stehen, lebhaft gekrählt, damit eine Sinterung der Masse nicht überhand nimmt. Nach Verlauf einer halben Stunde ist die allmälig verglimmende Braunkohle verzehrt. Nach einstündigem Krählen wird die Post während etwa $^1/_4$ Stunde vom ersten Röster gewendet, dann die Registerklappe ganz geöffnet und während etwa $1^1/_4$ bis $1^1/_2$ Stunden eine kräftige Oxydation durch den Luftzutritt eingeleitet, welcher die Masse allmälig soweit abkühlt, dass sie fast ganz dunkel geworden und nur der Arbeitsöffnung gegenüber noch schwach rothglüht. Zur Erkennung des Abschlusses dieser Periode wird mittelst eines eisernen Löffels eine Probe aus der Herdmitte genommen, diese durch Ausbreiten auf einem Mauerstein abgekühlt, die Knoten vom Feinen getrennt, letzteres mittelst eines Spatels kammartig auf einer porzellanenen Untertasse ausgebreitet und tropfenweise Wasser hinter den Kamm fallen gelassen. Dieses durchdringt bei geneigter Lage der Schale das Röstgut und es tritt klare Lauge hervor, deren Farbe und Verhalten zu Kochsalz die wichtigsten Kennzeichen für den Stand des Prozesses gibt. Bei richtiger Röstzeit muss die Lauge eine rein blaue Farbe von Kupfervitriol besitzen und bei Kochsalzzusatz einen schwachen Niederschlag zum Beweis der begonnenen Silbervitriolbildung geben; eine unreine grünliche Farbe der Lauge deutet auf noch vorhandenen Eisenvitriol und erfordert eine Fortsetzung der Oxydationsperiode, welche im Ganzen durchschnittlich $2^1/_4$ Stunden Zeit erfordert, nämlich 1 St. zum Krählen bei geschlossener Registerklappe, $^1/_4$ St. zum Wenden und 1 St. zum Krählen bei geöffnetem Register.

Chem. Vorgänge in Oxydationsperiode.

Zu Anfang findet bei geschlossenem Register ohne Verminderung des Kupferoxydulgehaltes durch die eingemengte Braunkohle eine Zerlegung neutraler schwefelsaurer Salze unter Bildung von schwefliger Säure und basischen Salzen statt; nachdem das Register geöffnet, tritt eine vollständigere Abröstung noch vorhandener Schwefelmetalle ein, der Eisenvitriol verschwindet fast völlig, was vor der Silbervitriolbildung erforderlich ist, und das Kupferoxydul geht in Oxyd über, so dass das Röstgut am Ende der Periode aus freien Oxyden (Eisenoxyd, Kupferoxyd), basischen Salzen, haupt-

sächlich von Eisenoxyd, Kupferoxyd und Zinkoxyd, neutralen schwefelsauren Salzen von Kupferoxyd, Zinkoxyd, Manganoxydul und wenig Silberoxyd und aus unzersetztem Schwefelsilber besteht.

Gaarungsperiode.

c) Gaar-, Todtröstungs- oder Feuerungsperiode. Man unterhält mit Wellholz fortwährend eine, zur Vermeidung der Reduction von freiem Kupferoxyd zu Oxydul, nicht russende Flamme, welche ohne Berührung des Röstgutes bei dunkelrother Farbe in ruhiger wellenförmiger Bewegung unter dem Gewölbe nach dem Fuchs zu zieht.

Wegen der russenden Flamme wird Nadelholz nicht angewandt, wohl aber Eichen-, Buchen- und Birkenholz am besten in Knüppeln, aber weil zu theuer, meist als Wellholz. Auch Braunkohlen haben sich hinsichtlich des Preises wohl bewährt, nur dauerte die Röstzeit länger, als mit Holz, wegen ihrer geringern Flammbarkeit. Je nach den Witterungsverhältnissen ist der Luftzug passend durch die Klappe i zu reguliren; gewöhnlich ist sie halboffen. Der zweite Röster krählt fortwährend tüchtig um und sucht die Massen auch mit dem Nacken des Krähles gut durch einander zu bringen. Etwa nach einer Stunde ist das Röstgut schwach rothglühend geworden, wird aber später hellrothglühend und zeigt nur wenig Röstknoten, welche dann nicht mehr zu zerstören sind, sondern bei der gesteigerten Temperatur immer fester werden (S. 286).

Auf das 1stündige Krählen des einen gewöhnlichen Rösters krählt der Oberröster $^3/_4$ St., dann ein zweiter gewöhnlicher Röster $^1/_2$—$^3/_4$ St., wobei die anderen unbeschäftigten Röster immer wechselseitig das Schüren besorgen. Zeigt sich nach $2^1/_2$ St. das Röstgut an der Feuerbrücke gaar, d. h. erfolgt bei der Laugprobe (S. 289) eine eben noch bläulich gefärbte Lösung von wenig Kupfervitriol und gibt ein Kochsalzzusatz einen starken käsigen Niederschlag von Chlorsilber, so wendet man die Masse, weil sie an der Fuchsseite noch weniger gaar ist, und krählt noch $^1/_2$—$^3/_4$ St., d. h. so lange, bis das Röstgut durchweg die Kennzeichen der Gaare zeigt, nämlich ganz schwach bläuliche Färbung der Probenlösung und Entstehung von viel Chlorsilber durch Kochsalzzusatz. Bei Ueberhitzung zersetzt sich auch Silber-

vitriol und die Lauge ist dann wegen völlig zerlegten Kupfervitriols ganz farblos.

Nach eingetretener Gaare wird die Feuerung unterbrochen, das Röstgut zusammengekrückt und mittelst einer Schaufel von allen 3 Röstern durch ein Sieb mit 5 Löchern per Längenzoll in den eisernen Förderwagen von 3 F. Länge, 20 Z. Breite und 20 Z. Tiefe gesiebt. Sodann lässt man eine neue Röstpost aus dem oberen auf den unteren Herd. Die Arbeit beim Gaarrösten ist in folgender Weise vertheilt:

Krählen des zweiten Rösters	1 St.
„ „ Oberrösters	$^3/_4$ St.
„ „ ersten Rösters	$^1/_2$—$^3/_4$ St.
Gutwenden	$^1/_4$ St.
Krählen des zweiten Rösters	$^1/_2$—$^3/_4$ St.
Entleeren des untern Herdes	$^1/_4$ St.
	$5^1/_2$—$5^3/_4$ St.

Chem. Vorgänge bei Gaarrösten

Durch Steigerung der Temperatur bis zur Hellrothgluth wird weniger aus den neutralen, als aus den basischen Salzen, namentlich aus dem schwefelsauren Kupferoxyd die Schwefelsäure dampfförmig ausgetrieben, welche das fast noch unangegriffene Schwefelsilber in Silbervitriol umwandelt, was durch die Luft nur wenig geschieht. Bei richtig geleiteter Feuerung und rechtzeitiger Unterbrechung des Prozesses lassen sich bis 92% des ganzen Silbergehaltes in extrahirbaren Silbervitriol umwandeln. Zink- und Manganvitriol zersetzen sich erst bei höherer Temperatur, als man überall geben darf, wenn nicht Silber aus dem Silbervitriol metallisch abgeschieden werden soll. Ein geringerer Eisengehalt der Beschickung führt eine frühere Silbervitriolbildung herbei, deren Beginn erst mit der vollständigen Zerlegung des Eisenvitriols eintritt (S. 281). Man darf aber bei eisenärmeren Beschickungen die Oxydationsperiode nicht wesentlich abkürzen, weil auch das Kupferoxydul darin völlig in Oxyd übergeführt werden muss.

Temperatur

Hinsichtlich der in den verschiedenen Stadien herrschenden Temperaturen ist von STEINBECK ermittelt, dass zu Anfang der Oxydationsperiode die Temperatur auf dem unteren Herde 500—550 C. beträgt, dann bis Ende der

Periode auf etwa 425° C. sinkt und am Schluss der T[illegible]odtröstungsperiode auf 750—770° C. steigt.

Silberverlust.

Der Silberverlust beim Rösten ergab sich zu 7,0[illegible] %; 91,736 % Ag waren in extrahirbaren Silbervitriol verwan[illegible]delt und 1,20 % blieben im Rückstande. Die Silberverflüchtig[illegible]ung geschieht theils auf mechanischem Wege durch Flugstaub[illegible]bildung, theils durch Verflüchtigung von Silberoxyd in höh[illegible]rer Temperatur, welches sich dann bei niedrigerer Temper[illegible]tur in Silber und Sauerstoff zerlegt (I. 89). Für die letztere W[illegible]eise der theilweisen Silberverflüchtigung spricht der Umsta[illegible]nd, dass der Flugstaub aus den Kammern je nach der Entfernung der Ablagerung verschiedene Kupfer- und Silbergeh[illegible]alte zeigt, was bei blosser mechanischer Flugstaubbildung nicht der Fall wäre. Es waren z. B. enthalten im Flugstaub aus den Füchsen 9,3 % Cu und 0,073 % Ag, also im Gaarkupfer 0,7849 % Ag; aus den Kammern 22,1 % Cu und 0,085 % Ag, also im Kupfer 0,3846 % Ag; aus den Zügen 18,075 % Cu und 0,063 % Ag, also im Kupfer 0,3485 % Ag. Während die silberreichsten Kupfersteine höchstens 0,606 % Ag enthalten, fand sich in den Füchsen zwischen unterem Röstherd und Flugstaubkammern Flugstaub mit 0,7849 % Ag.

Producte.

Als Producte erfolgen beim Rösten:

a) Extractionsgut, mit über 91 % Ag als Vitriol in löslichem Zustande und mit etwa 1,2 % Ag in unlöslichem Zustande (in den demnächstigen Rückständen). Wird nach dem Kühlboden behuf der Wasserlaugerei gebracht.

b) Ofensohle aus dem unteren Röstherd, in 1 und an der Feuerseite in 2—3 Z. dicker Lage. Sie besteht im Wesentlichen aus basisch schwefelsaurem Kupferoxyd mit oxydischen, weniger mit geschwefelten Theilen zusammengesintert, in Folge dessen das Verhältniss ihres Silber- zum Kupfergehalt geringer ist, als in der ursprünglichen Beschickung. Während letztere 65,128 % Cu und 0,3261 % Ag, also im Centner Kupfer 0,5007 Pfd. Ag enthielt, stellten sich diese Zahlen bei den Ofensohlen zu resp. 53,8, 0,1225 und 0,2277. Die Sohlen werden allwöchentlich, indem man sie durch Feuern mit Waasen erweicht, mechanisch abgelöst, mittelst Wassers ausgelaugt und der Rückstand zur Röstbe-

chickung gegeben. Von einem Ofen erfolgen wöchentlich 2—2¼ Ctr. Sohle.

c) Flugstaub, welcher jährlich in Quantitäten von 250 Ctr. ausgeräumt wird, die oben (S. 292) angegebenen Metallgehalte besitzt und im Schachtofen auf Kupferstein verschmolzen wird, den man besonders extrahirt. Man beschickt beim Schmelzen 100 Ctr. Flugstaub mit solchem von den Schwarzkupferöfen und dem Gaarherd, mit silberhaltigem Gyps aus der Laugerei, 50 Ctr. Schieferschlacke und 10 Ctr. Flussspath. Eine Ausnahme hiervon macht der Flugstaub vom tiefsten Puncte der allen Röstöfen gemeinschaftlichen 150 Fss. hohen Esse, welcher 9—10% Selen[1]) enthält.

Man stellt im Eislebener Laboratorium aus dem rohen Flugstaub 8,333% rohes und 6,66% reines Selen dar und jährlich aus den erfolgten 2 Ctr. Flugstaub 13 Pfd. reines Selen. Nach KEMPER[2]) enthält dieser rohe Flugstaub 1,78 $\dot{Ca}\,\dddot{S}$, 10,73 $\overline{Fe}\,\dddot{S}^3$, 2,08 $\overline{Al}\,\dddot{S}^3$, 25,89 $\dot{Cu}\,\dddot{S} + \dot{H}$, 1,55 $\dot{Zn}\,\dddot{S} + \dot{H}$, 11,02 $\dot{H}^3\dddot{S}$, 21,84 $\dot{H}$, 23,12 unlösl. Rückstand, 2,60 Barnsteinstückchen.

d) Schweflige Säure[3]) aus den Muffelröstöfen zur Darstellung von Schwefelsäure.

In 12 Stunden werden 2,04 Posten = 10,2 Ctr. Spursteinmehl mit einem Aufwand von 49,94 Schock Wellholz und 5 Ctr. = 2 Ton. Braunkohlen pro 100 Ctr. Mehl geröstet. Von 100 Ctr. Beschickung erfolgen 4,9% Röstknoten und 1,22% Ofensohle. Die Arbeiter erhalten neben ihrem Schichtlohn Prämien für das mehr als principmässig ausgebrachte Silber. Die Betriebskosten des Röstprozesses pro 100 Ctr. Kupferstein betrugen in den Jahren 1858/60 an 49 Thlr. 15 Sgr. 2,4 Pf. Ausweis

2) Auslaugung des Röstgutes und Silberfällen. Auslaugu

Das auf 70° R. erkaltete Röstgut wird in Quantitäten von 5 Ctrn. in jeden der 10 Laugbottiche A (Taf. III. Fig. 74) gethan, welche aber meist nicht alle zu gleicher Zeit benutzt werden.

1) Bgwfd. 1857. XX, 503. — STEINBECK, c. l. S. 121.
2) Archiv d. Pharmacie. Bd. 101. S. 25.
3) B. u. h. Ztg. 1861. S. 67.

Der 2 Zoll über dem Hauptboden vorhandene falsche Boden von $^3/_4$ Z. Dicke hat immer in 2 Z. Entfernung $^1/_2$—$^3/_4$ Z. weite Löcher. Die Filtrirvorrichtung ist wie bei der Kochsalzlaugerei (S. 267). Aus dem 2 Z. weiten, mit Werg umwickelten Bleirohr *b* leitet man zuerst 2—3 Cbfss. reines Wasser von 70° R. auf das Röstgut, welches zur bessern Vertheilung des Wassers mit einem Wergbündel bedeckt ist, dann wird, wenn Silberlauge unten abzufliessen beginnt, der Hahn *b* abgestellt und aus der 4 Z. weiten Röhre *a* so lange heisse mit etwas Schwefelsäure versetzte Extractionslauge von 70° R., die den Kreislauf macht, hinzugelassen (etwa 10—12 Cbfss. in $1^3/_4$—$2^1/_2$ Stunden), bis eine Probe mit Kochsalz keinen Niederschlag mehr in der abfliessenden Lauge gibt. Die Silbervitriollauge fliesst zunächst durch c in die vordere Abtheilung *B* des 30 Fss. langen, 2 Fss. breiten und $1^1/_2$ Fss. hohen Klärkastens, tritt über eine Scheidewand in die Abtheilung *C* und von hier durch 10 Hähne in 10 Silberfällbottiche *D*. Die Klärkästen, sowie alle andern Reservoire haben Schwimmer *d* zur Beobachtung des Laugenstandes.

Auf der Filtrirvorrichtung der Fällbottiche findet sich zu unterst eine 2—3 Z. starke Lage (10 Pfd.) von beim Auswaschen des Cementsilbers erhaltener Kupfergröbe, darüber 15—20 Kupferbarren (2—$2^1/_2$ Ctr.) von 14 Z. Länge, 5 Z. Breite und 1 Z. Dicke. Die nur noch wenig Silbervitriol enthaltende Lauge fliesst aus *D* in das 15 Z. breite und 6 Z. tiefe mit Blei ausgeschlagene Gerenne *E*, mit einer Schicht kleiner Kupferstückchen versehen, dann in 5 mit Kupfer (18 Pfd. Granalien und 1 Ctr. Kupferbarren) gefüllte Bottiche *F*, wo sich aber nur noch wenig Silber niederschlägt. Die entsilberte Lauge gelangt mit einer Temperatur von etwa 40—45° R. durch das Gerinne *g* in ein bleiernes Reservoir, aus welchem sie in eine über der Lauganstalt liegende Bleipfanne mit 70 Cbfss. Fassungsraum gepumpt und hier mittelst Dampfs auf 70° R. erwärmt wird. Aus einem bleiernen Gefässe über der Pfanne tröpfeln in der Minute etwa 30 Tropfen 8 fach verdünnter englischer Schwefelsäure in die Lauge (etwa $^1/_2$ Pfd. Säure pro Post).

Die Säure verhindert die Ausscheidung basischer Salze,

igt zur Lösung des Silbervitriols bei und das sich bildende hwefelsaure Eisenoxyd wirkt auf etwa vorhandenes mellisches Silber in der Art ein, dass neben Eisenvitriol hwefelsaures Silberoxyd entsteht.

Zum Erhitzen des reinen Wassers auf 70° R. theils ittelst Dampfs, theils durch die heissen Gase aus den Röstan (S. 284) dient eine unterhalb der Laugenpfanne liegende eipfanne von 70 Cbfss. Inhalt. Zur Erzeugung des Dames mit $1^{1}/_{3}$ Atm. Spannung gehen in 24 St. 8 Tonnen raunkohlen. Das erwärmte Wasser des Condensators dient r Speisung des Dampfkessels und des Wasserbassins.

Das in den Fällbottichen *D* enthaltene Fällsilber wird le 24 Stunden mit einer hölzernen Schaufel abgehoben d die Kupferbarren mit ledernen Handschuhen abgestrien; die Filtrirvorrichtungen werden alle 8 Tage erneuert.

Man erhält beim Laugen und Fällen: Producte.

a) Cementsilber, hauptsächlich durch metallisches ıpfer und Gyps verunreinigt. Dasselbe wird in Fässern t hölzernen Keulen zerrieben, durch Verwaschen in hüsseln von der Kupfergröbe getrennt, in den 9 Bottichen mit 8fach verdünnter Schwefelsäure 6—7 Tage lang auslaugt, um möglichst viel Kupfer und Gyps zu entfernen, d dann mit heissem Wasser ausgewaschen. Die Waschısser steigen zur Vermeidung mechanischer Silberverluste der Röhre *L* in die Höhe und werden durch die Rinne über Kupfer und zuletzt über Eisen geführt. Der mit ei belegte Boden *N* sichert gegen Verluste, wenn *H* etwa cht dicht sein sollte. Das ausgewaschene Silber mit 860 s 870 Taus. Feine wird zu Batzen geformt, diese auf einer echpfanne in einem besonderen Ofen getrocknet und im ammofen feingebrannt (S. 215).

b) Rückstände. Dieselben werden so lange in kegelmigen Haufen aufbewahrt, bis eine Probe ihren Gehalt ter 0,03 Pfd. Ag ergeben hat, worauf sie mit Thon zu tzen angeknetet und auf Schwarzkupfer verschmolzen rden (II. 535). Zu reiche Rückstände kommen nochmals r Röstung (S. 285).

c) Entsilberte Lauge. Dieselbe wird jedes Jahr mal zur Ausscheidung ihres Kupfergehaltes über Eisen

geleitet. Das niedergeschlagene Cementkupfer theilt man durch wiederholtes Decantiren und Waschen in ein zweifaches Korn; das gröbere reinere wird zum Silberfällen benutzt, das mit basischen Salzen verunreinigte feinere kommt zum Schwarzkupferschmelzen.

d) Gyps, welcher sich in den Fällbottichen krystallinisch absetzt, alle 14 Tage entfernt und mit dem Röstflugstaub auf Stein verschmolzen wird.

Ausweis. Man erzeugt in 12 Stunden 12—14 Pfd Silber, wobei in 24 Stunden unter dem Dampfkessel 8 Ton. und zum Trocknen von 100 Pfd. Cementsilber 0,22 Ton. Braunkohlen verbraucht werden. Auf 100 Pfd. zu extrahirenden Stein gehen 20 Pfd. Schwefelsäure, und zwar zur Post $^1/_2$ Pfd., und zum Auswaschen des Cementsilbers pro Ctr. $^1/_2$ Pfd. Von den 5 Arbeitern pro Schicht hat einer die Aufsicht und besorgt das Abstreifen des Cementsilbers, 2 Mann reiben und waschen das Silber und 2 besorgen die Laugerei. Sämmtlich stehen sie im Schichtlohn und nehmen ausser den Silberreibern an der Silberprämie (S. 293) Theil.

Seit Einführung der Ziervogel'schen Extraction ist das Silberausbringen immer vollständiger geworden. Während der Silbergehalt des aus den Rückständen dargestellten Gaarkupfers in 1849 im Centner 0,0504 Pfd. betrug, war er in 1861 auf 0,0215 Pfd. herabgegangen. Von der Gesammtproduction der Mansfelder Hütten war Bd. II. S. 552 die Rede.

Drittes Kapitel.

Laugerei mittelst unterschwefligsaurer Salze.

Methoden. §. 88. Allgemeines. Es gehören hierher die Methoden von Patera und Kiss, welch ersterer Chlorsilber in unterschwefligsaurem Natron, letzterer in unterschwefligsaurer Kalkerde in Lösung bringt.

Patera's Methode. 1) Von Percy[1]) und Hauch[2]) ist vorgeschlagen, das

1) Dingl. Bd. 115. S. 281. — Polyt. Centr. 1850. S. 1195. — B. u. h. Ztg. 1849. S. 640; 1850. S. 685.

2) Russegg. Reis. IV, 725. — Hauch's Prioritätsansprüche gegen Percy: Jahrb. der geol. Reichsanst. 1853. Nr. 3. S. 544.

lber in Erzen und Lechen durch Rösten mit Kochsalz in hlorsilber zu verwandeln und dieses statt mit Kochsalzsung mit unterschwefligsaurem Natron zu extrahiren. ATERA[1]) hat dieses Verfahren mit passenden Modificationen erst in Joachimsthal betriebsmässig eingeführt, nachdem selbst statt der früher üblichen Verbleiung (II. 156), dem riirenden Erzvorkommen entsprechend, verschiedene andere Methoden mit mehr oder weniger Erfolg versucht worden, B. Behandlung der Rothgiltigerze mit Schwefelnatrium ur Ausziehung von Schwefelarsen, Chloration des Rückstandes durch Eisen- oder Kupferchlorid, Ausziehen des Chlorsilbers durch unterschwefligsaures Natron[2]); Röstung on kalkfreiem Glaserz und Gediegensilber mit Wasserdampf, Behandlung des Röstgutes mit verdünnter Schwefel- und alpetersäure, Fällung des Silbers durch Kochsalz.[3])

Vortheile des unterschwefligsauren Natrons.

Das unterschwefligsaure Natron zeichnet sich als Lösungsmittel für Chlorsilber vor dem Kochsalz dadurch aus, lass dasselbe in kaltem und verdünntem Zustande weit grössere Mengen Ag Cl aufnimmt, als heisse concentrirte Kochsalzlösung, indem sich ein Doppelsalz von unterschwefligsaurem Silberoxyd-Natron bildet. Es sind nämlich zur Lösung von 1 Theil Ag Cl etwa 68 Theile Kochsalz und nur 2 Theile unterschwefligsaures Natron nöthig. Die Operation geht mit letzterem schneller, das extrahirte Silber ist n einer geringeren Menge Flüssigkeit vertheilt, welche bei hrer Verdünnung nicht so leicht durch die Gefässe sickert, wie heisse concentrirte Kochsalzlauge, welche letztere beim Stehen an der Luft auch basische, die Filtrirvorrichtungen leicht verstopfende Salze absetzt. Nimmt man die Lösung von unterschwefligsaurem Natron zu concentrirt, so löst sie auch

---

1) Jahrb. d. geolog. Reichsanst. 1851. Nr. 1. S. 156; Nr. 3. S. 52. — B. u. h. Ztg. 1860. S. 487; 1861. S. 60, 222; 1863. S. 31; 1864. S. 103. — Preuss. Ztschr. 1862. X, 166. — NEUMANN, die Extraction. 1863. S. 72. — Oestr. Ztg. 1860. Nr. 11, 12, 17, 39. — Urtheile von VOGL und GURLT über die Patera'sche Methode: Bd. II. S. 159.

2) Jahrb. d. geol. Reichsanst. 1851. III, 52.

3) B. u. h. Ztg. 1855. S. 131. — Jahrb. d. geol. Reichsanst. V. Jahrg. Nr. 3. S. 611.

viel fremde Metalloxyde auf und das Silber wird zu unrein. In Australien[1]) verwendet man die unterschwefligsaure Natron-Lösung im erhitzten Zustande. Man braucht nur zur ersten Laugung frisches unterschwefligsaures Natron zu nehmen, dann verwendet man immer wieder die vom ausgefällten Silber erfolgende Lauge. Da nämlich Kupfer von unterschwefligsaurem Natron angegriffen wird, so bedient man sich statt dessen zum Fällen des Silbers einer Lösung von Schwefelnatrium, welche durch Schmelzen von Glaubersalz und Kohle, Auflösen des Einfach-Schwefelnatriums in Wasser und Kochen mit Schwefel zur Erzeugung von Mehrfach-Schwefelnatrium erhalten ist. Wird nun durch letzteres aus dem Silberdoppelsalz das Silber möglichst scharf ausgefällt, so dass kein Schwefelnatrium im Ueberschuss vorhanden ist, so wird das unterschwefligsaure Natron wieder hergestellt. Auch geht ein Ueberschuss von Schwefelnatrium bei längerem Stehen der Lauge an der Luft in jenes Natronsalz über.

Man zieht als Fällungsmittel dem Einfach-Schwefelnatrium die höhere Schwefelung vor, weil sie beim Fällen Schwefel ausscheidet, welcher den Niederschlag lichter macht, so dass das Fällungsende deutlicher hervortritt. Das Einfach-Schwefelnatrium hält immer Kohle zurück, wodurch der Fällungsmoment weniger wahrnehmbar wird.

Anwendbarkeit der Methode.

Da dieses Verfahren eine chlorirende Röstung erfordert, so würden dabei hinsichtlich der Auswahl der zu extrahirenden Substanzen und des Silberverlustes dieselben Bedenken, wie beim Augustin'schen Prozess (S. 260) auftreten, wenn nicht PATERA den Röstprozess zweckentsprechend abgeändert hätte, so dass die Kobalt, Nickel, Arsen, Antimon und Zink enthaltenden Silbererze von Joachimsthal sich mit Vortheil rösten lassen, was jedoch bei einem grösseren Bleigehalt (etwa über 15%) auch nicht der Fall sein würde. Die Erze werden mit Wasserdampf vorgeröstet, dann mit Kochsalz und Eisenvitriol ebenfalls bei Zuleitung von Wasserdampf (I. 29) chlorirend geröstet, wobei die Schwefelsäure aus dem Eisenvitriol Chlor aus dem Kochsalz frei macht.

---

1) B. u. h. Ztg. 1864. S. 346.

ie durch den Wasserdampf gebildete Salzsäure soll, was doch noch nicht ausgemacht ist, energisch auf die Entrnung von Arsen und Antimon und die Chlorirung des ilbers wirken und der sonst stattfindende Silberverlust von indestens 10% geht auf ein Minimum herunter, was beanders bei reichen Erzen von Bedeutung ist.

Vergleichung mit der Amalgamation und Extraction.

Der Amalgamation und Augustin'schen Kochsalzlaugerei gegenüber steht die Patera'sche Methode dadurch im Nachheil, dass bei ersteren die meisten Operationen durch machinelle Vorrichtungen oder von selbst, bei letzterer aber meist durch Menschenhände geschehen.[1]) Auch wird der Brennmaterialverbrauch beim Rösten durch Anwendung von Wasserdampf nahe aufs Doppelte erhöht. Vor der Extraction mit unterschwefligsaurem Natron bedarf das Röstgut rst einer Auslaugung mit Wasser, weil man sonst viel Schwefelnatrium brauchen und ein sehr unreines Schwefelilber bekommen würde. Das Fällen des letzteren erfordert rosse Aufmerksamkeit und man erhält ein mit Schwefel tark verunreinigtes Schwefelsilber, also gleichsam nur ein iches Erz, während Amalgam und Cementsilber nur noch nbedeutende Arbeit machen.

Wegen der leichten Löslichkeit des Chlorsilbers in unterschwefligsaurem Natron und des geringen Silberverlusts eim Rösten lassen sich Erze mit den höchsten Silbergehalen nach dieser Methode verarbeiten.

Kiss'Methode.

2) Behuf gleichzeitiger Ausziehung von Silber und Gold s Erzen etc. röstet Kiss[2]) dieselben mit Kochsalz, extrairt das Röstgut mit unterschwefligsaurer Kalklauge und llt aus der entstehenden Metalllösung das Gold und Silber urch Schwefelcalcium. Es soll nach Kiss bei dem Rösten oldchlorür Au^2Cl (nach Roeszner Goldoxydnatron, S. 228) ntstehen, welches weder von Quecksilber zerlegt wird, noch ch in Kochsalzlösung löst, wohl aber von unterschwefligsaurer Kalklauge unter Bildung eines Doppelsalzes in Lösung bracht wird. Silber und Gold werden aus dieser Verndung von Alkalien entweder gar nicht oder nur dann

---

1) Berggeist. 1860. Nr. 11. — B. u. h. Ztg. 1861. S. 60.
2) Oestr. Ztschr. 1860. Nr. 25.

ausgeschieden, wenn der Kalk selbst gefällt wird, wohingegen darin enthaltenes Pb, Zn und Sb sogleich präcipitirt werden. Aus diesem Grunde lässt sich auch eine Fällung des Goldes und Silbers durch Kupfer nicht anwenden, weil die Präcipitation dieser Metalle nur bei Zerstörung der Lauge selbst stattfindet, wo dann aber sämmtliche in der Lösung vorhandene Metalle in grösserer Menge, als Gold, gefällt werden. Man schlägt deshalb Silber und Gold durch Schwefelcalcium nieder, gebildet durch Kochen von Kalkmilch (3 Thl. Kalk mit dem 8—10fachen Wasser) und 1 Thl. Schwefel.

Beispiele. Wie mehrfache Versuche auf ungarischen Hütten ergeben haben, war der Erfolg dieser Methode je nach der Beschaffenheit der Erze etc. sehr schwankend. Während man aus Nagybanyaer[1]) dürren Silbererzen 80—90% güldisches Silber und 70—90% an Gold ausbrachte, erfolgten aus kiesigen Erzen nur 70% güldisches Silber und 20% Gold. Bei der Extraction güldischer Kupferspeise zu Schmöllnitz[2]) stellten sich die Manipulationskosten pro Münzpfd ausgebrachten Silbers bei dem currenten Betriebe um 1 Gld 3,02 Kr. geringer heraus, als nach Kiss' Methode, und zu Schemnitz[3]) betrug bei verarbeiteten Erzen das Ausbringen an güldischem Silber nur 58,23 und an Gold 24,25%. Der durch Schwefelcalcium hervorgebrachte Niederschlag enthielt zu Schemnitz 8,390 Schwefelsilber, 0,065 Schwefelgold 9,028 Schwefelkupfer, 18,862 Schwefelblei, 2,248 Schwefelantimon, 6,059 Schwefeleisen, 2,453 Schwefelzink, 12,59[illegible] schwefelsaures Natron, 20,008 Schwefel, 4,200 Kieselerde 5,500 Thonerde, 5,948 Kalkerde, 1,453 Magnesia, 3,190 Abgang. Dieser Niederschlag wurde abgebrannt, gemahlen in einem Muffelofen geröstet, das Röstgut in einem gusseisernen Kessel mit 100% concentrirter Schwefelsäure behandelt, in einem bleiernen Ständer Kupfervitriol durch heisses Wasser nebst etwas Silbervitriol ausgezogen, aus der Lösung das Silber durch Kupfer gefällt und die entsilberte Lauge behuf Auskrystallisirens von Kupfervitriol auf 40°

1) Neumann, Extraction. 1863. S. 38.
2) Leob. Jahrb. 1861. XI. — B. u. h. Ztg. 1861. S. 325; 1862. S. 3
3) Neumann, c. l. S. 39. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 103.

eingedampft. Der güldische Rückstand wurde wiederholt amalgamirt und das durch Glühen des Amalgams erhaltene güldische Silber eingeschmolzen.

In die Praxis ist die Kiss'sche Extractionsmethode noch nicht current eingeführt und hat neuerdings die Concurrenz mit dem Röszner-Patera'schen Verfahren (§. 109) zu bestehen.

Auch in Russland[1]) gab die Kiss'sche Methode weniger günstige Resultate, als die Patera'sche.

§. 89. PATERA's Methode zu Joachimsthal.[2]) Die Joachimsthaler Geschicke (II. 156) bilden Gemenge von Silber-, Kobalt-, Nickel-, Wismuth- und Uranerzen und hat deren zu verschiedenen Zeiten variirende Zusammensetzung auch verschiedene Zugutemachungsmethoden veranlasst (S. 297).

Geschichtliches.

Anfangs wurden die Erze meist entbleit und nur zum geringen Theil amalgamirt. Bei der Entbleiung bildete sich eine verkäufliche Speise, während das Wismuth in der schwarzen Glätte verloren ging und die Uranerze nur zu geringen Preisen absetzbar waren. Letztere werden seit 1852 nach PATERA's Verfahren zur Urangelberzeugung[3]) benutzt. Schwieriger war eine passende Silbergewinnung zu erzielen. Die Verbleiung war mit grossen Kosten und Metallabgängen verbunden, die Verhüttungskosten pro Münzpfund Feinsilber betrugen 11 Gld. 37 Kr. Der Amalgamation konnte nur ein geringer Theil der silberärmeren schwefelhaltigen Erze unterworfen werden; sie gab aber auch dabei grosse Silber- und Quecksilberverluste bei schädlicher Einwirkung auf die Gesundheit der Arbeiter. Die Augustin'sche Extraction liess sich ebenfalls nur für die silberarmen Erze anwenden, nicht für die silberreichen.

Nachdem dann von PATERA verschiedene dem jeweiligen Erzvorkommen entsprechende Methoden (S. 297) versucht, blieb derselbe seit 1858 bei der nachfolgenden, für alle Erze geeigneten Methode stehen:

Verfahren.

a) Reiche Erze mit 0,4 Münzpfd. Ag bis zum höchsten

1) Oestr. Ztschr. 1863. Nr. 30.
2) Citate siehe S. 297.
3) B. u. h. Ztg. 1868. S. 32.

Gehalt werden grob zerquetscht und im Flammofen 4—6 Stunden mit Wasserdampf geröstet, wodurch sich der Röstverlust wesentlich vermindert, namentlich bei speisigen Erzen. Das nur noch dampfende erdige Röstgut wird gemahlen und mit 4 bis 9 Proc. Kochsalz, nöthigenfalls unter Zusatz von 2 bis 4 Proc. calcinirtem Eisenvitriol, bei Zuführung von Wasserdampf in mässiger Temperatur gut geröstet. Dieses ist vollendet, wenn eine genommene und mit unterschwefligsaurem Natron extrahirte Probe im Rückstande bei Erzen mit 0,4 bis 4 Münzpfd. Ag nach etwa 4stündiger Röstung nicht mehr als 0,1—0,2 Münzpfd. Ag enthält; reichere Erze mit 8 bis 10 Münzpfd. Ag röstet man länger (5—6 St. und mehr) und begnügt sich mit einem Gehalt des Rückstandes von 1 bis 2 Münzpfd., der aber beim Repetiren auf 0,1—0,2 Münzpfd. herabgeht. Auf 100 Ctr. Erz gehen beim Rösten 120 Ctr. Braunkohle und $1^1/_2$ Klafter Holz. — Das Röstgut wird gesiebt, mit Wasser befeuchtet eine Zeit lang liegen gelassen, wobei die Silberchloration sich noch fortsetzt, und dann mit heissem Wasser ausgewaschen, wobei sich Salze des Fe, Co, Ni, Zn, Cu, Pb und auch etwas weniges Ag auflösen. Die Lösung wird durch Kalkmilch zerlegt und der entstehende Niederschlag zum Rohschmelzen gegeben.

Hierauf wird die gewaschene Röstpost mit einer verdünnten und kalten Lösung von unterschwefligsaurem Natron extrahirt; 1 Cubikfuss Lauge löst 0,753 Münzpfd. Ag auf und die Lauge regenerirt sich beim Silberfällen immer wieder. Das als Doppelsalz in Lösung gegangene Silber wird durch Schwefelnatrium gefällt, wobei der sich neben Schwefelsilber aus der höheren Schwefelungsstufe des Natriums ausscheidende Schwefel dem Niederschlage eine lichte Farbe ertheilt und so das Beobachten des Fällens sehr erleichtert. Die Fällung muss so geschehen, dass weder Silber in Lösung bleibt, noch Schwefelnatrium in der Lauge, weil diese ihres Gehaltes an unterschwefligsaurem Natron wegen gleich wieder zur Silberextraction verwandt wird. Das Absetzen des Niederschlages wird durch Auf- und Niederbewegen einer durchlöcherten hölzernen Scheibe begünstigt, dann die klare Lauge abgezogen, das Schwefelsilber aus dem Fällbottich abgelassen, durch Leinwandbeutel filtrirt,

gepresst, getrocknet, mit heissem Wasser zur Ausziehung von Glaubersalz gewaschen, wieder getrocknet, bei 60 Proc. Silbergehalt unter einer Muffel geglüht (was demnächst in einer geschlossenen Retorte geschehen soll) und das geglühte Product mit 80 Proc. Silber im Graphittiegel mit Eisen geschmolzen, wobei Silber mit 940—960 Taus. Feingehalt erfolgt. Dieses wird feinirt und der gleichzeitig fallende Lech mit bis 10 Münzpfd. Silber im Centner statt Eisenvitriols beim Rösten zugetheilt. Rückstände, Flugstaub etc. werden mit ärmeren Erzen einem Concentrationsschmelzen unterworfen, wenn sie hinreichend arm sind, sonst kommen sie zur Extraction zurück. Man bringt bei der Extraction an 88 Proc. Silber aus, 1—2 Proc. gehen ab und das Uebrige bleibt in den Zwischenproducten. Der Abgang wird geringer, wenn die Holzgefässe keine Silberlauge mehr aufnehmen. Die Kosten für Material und Löhne betrugen in 1862 pro Centner Erz 4 Gld. 28 Kr., pro Münzpfund ausgebrachtes Feinsilber 2 Gld. 20 Kr.

b) Verarbeitung der Rückstände. — Silberarme Erze und Extractionsrückstände mit variabelem Nickel- und Kobaltgehalt werden mit 10 Proc. Kiesen, 12 Proc. gepochten Schlacken und hinreichend Kalk auf 16 Proc. Lech verschmolzen. Ein Erz mit 0,23 Münzpfd. Ag und 3,4 Pfd. Kobalt und Nickel gab einen Lech mit 1,25 Münzpfd. Ag und 17 Pfd. Kobalt und Nickel. Der Lech wird behuf leichterer Zerkleinerung mit Glaubersalz umgeschmolzen und befeuchtet an der Luft liegen gelassen, wobei das darin enthaltene Schwefelnatrium, so wie auch Schwefeleisen sich oxydiren und der Lech zu feinem Mehl zerfällt, welchem durch Wasser an 20% lösliche Bestandtheile entzogen werden, weil sonst der Eisenvitriol bei Anwesenheit von Glaubersalz beim Rösten sich schwierig zerlegen lässt. Der gebliebene Rückstand mit 0,1—0,2 Münzpfd. Ag wird mit Arsen und Schwefelkies auf Speise und Kupferstein verschmolzen, die Speise im Gebläseofen mittelst leicht schmelzenden Flusses von Eisen befreit (raffinirt) und dann auf Kobalt und Nickel benutzt.

Die Kosten der Extraction sind um 30—60% geringer, als jene des früheren Schmelzprozesses, hauptsächlich wegen

nicht nöthiger Verwendung der sehr theuer gewordenen Holzkohlen, während das zum Rösten verwandte Aequivalent von Braunkohlen viel billiger ist.

DRITTER ABSCHNITT.

Schwefelsäurelaugerei.

Wesen des Prozesses.

§. 90. Allgemeines. Dieser Prozess ist dadurch characterisirt, dass man möglichst eisenfreie silberhaltige Kupfersteine (Freiberg) oder Schwarzkupfer (Oker, Altenau, Fahlun) mit heisser, verdünnter Schwefelsäure behandelt, wobei schwefelsaures Kupferoxyd in Lösung geht, das Silber aber im Rückstand bleibt und durch Zusammenschmelzen mit Bleierzen (Freiberg) oder bleiischen Producten (Oker, Altenau), seltener auf nassem Wege (Fahlun, II. 430) entsilbert wird. Das schwefelsaure Kupferoxyd wird entweder auf Kupfervitriol als Handelswaare versotten (Oker, Altenau, Freiberg) oder als solcher, wenn Gelegenheit dazu vorhanden, beim Rösten von kupferreichen Lechen zugesetzt, um auf Gaarkupfer verschmolzen zu werden, wenn für den Kupfervitriol als solchen kein Absatz ist (Fahlun). Auch empfiehlt Bachmann [1]), den Kupfervitriol zur theilweisen Wiedergewinnung der Schwefelsäure in Retorten zu glühen und den Rückstand oder auch gleich den Vitriol im Krummofen zu verschmelzen.

Die Schwefelsäurelaugerei kommt hauptsächlich bei einem Bleigehalt und einem mässigen Antimon- und Arsengehalt der obigen Producte mit Vortheil in Anwendung, welcher z. B. die Kochsalz- und Wasserlaugerei wegen der schwierigen Röstung ausschliesst (Freiberger Versuche) und sonst eine Saigerung der Schwarzkupfer (Ober- und Unterharz) oder ein Verschmelzen der Kupfersteine mit bleiischen Producten erforderlich machte.

Vergleichung der Schwefelsäurelaugerei mit der Saigerung.

Im Vergleich zu den letzteren Arbeiten [2]) gewährt die

---

1) Rochel in Oestr. Ztschr. 1857. S. 283, 289.
2) B. u. h. Ztg. 1864. S. 253.

hwefelsäurelaugerei eine grosse Oekonomie hinsichtlich der
sten, der Schnelligkeit der Arbeit und besonders des Aus-
ingens an Kupfer, Silber und Gold. Namentlich hinsicht-
h des letzteren leistet dieser Prozess weit mehr, als alle
rher beschriebenen Methoden auf nassem und trockenem
ege (Erfahrungen zu Oker).

Es haben sich z. B. vergleichungsweise die Metallver-
ste und Kosten bei der Saigerung und Schwefelsäurelauge-
. mit Schwarzkupfern wie folgt herausgestellt:

	Saigerung.	Schwefelsäure-laugerei.
lberverlust	28%	15%
pferverlust	20 „	12½%
eiverlust in Bezug auf die verarbeitete Schwarzkupfermenge	104 „	10%
erhältniss der Hüttenkosten	1,2	1
erkaufspreis von 1 Ctr. Gaarkupfer	30 Thlr.	
ezahlung pro Ctr. Kupfer im Kupfervitriol		36 Thlr.

Der bei der Laugerei auch nicht unbedeutende Sil-
erverlust hat, wie später dargethan werden wird, seinen
rund in dem in Folge unreiner Schwefelsäure entstandenen
ntimon- und arsenreichen Rückstande. 1 Ctr. Kupfer gibt
ahe 4 Ctr. Kupfervitriol.

Geschichtliches.

Die Anwendung der Schwefelsäure erstreckte sich ur-
prünglich auf die Scheidung des Silbers oder güldischen
ilbers vom Kupfer aus Legirungen, indem diese Metalle bis
uf Gold in concentrirter Säure sich auflösen und das Sil-
er durch Kupfer ausgefällt wurde [1]), wie dies zur Zeit
och zu Septèmes [2]) in Frankreich geschieht, um nebenbei
Kupfervitriol in grösserer Menge zu gewinnen.

Da hierbei viel Säure aufging und das Arbeiten mit
concentrirter Säure lästig war, so brachte SERBAT [3]) die Le-
girung zunächst mit Schwefel in Verbindung, röstete die
Schwefelung und extrahirte das Röstgut mit verdünnter
Schwefelsäure. Statt dieses umständlichen Prozesses erhitzte

1) KARSTEN's Arch. 1 R. I, 128; VI, 371.
2) Bulletin de la soc. de l'industr. minérale III, 118.
3) POGG. Ann. Bd. 31. S. 436.

man später die zerkleinte Legirung direct in einem Flammofen, löste mittelst verdünnter Schwefelsäure die gebildete Oxydhaut weg, wiederholte diese Operationen mehrmals, löste dann den silberreichen Rückstand in Eisen- oder Platingefässen in concentrirter Schwefelsäure und fällte aus der Lösung das Silber durch Kupfer aus, schmolz auch wohl das rückständige Silber mit Salpeter um und brannte es fein [Freiberger Tellersilber[1]) nach LAMPADIUS' Verfahren]. Ein ähnlicher Prozess, nur mit der Modification, dass die Oxydation des Kupfers beim Glühen durch einen Kochsalzzusatz befördert wird, ist nach ROCHEL[2]) von WEHRLE und BACHMANN für ungarische silber- und goldhaltige Kupfer unter Angabe der erforderlichen Details empfohlen worden.

Wesentlich vereinfacht und continuirlich wurde der Prozess, seitdem man granulirtes Kupfer ohne vorheriges Glühen mit heisser verdünnter Schwefelsäure unter stetem Luftzutritt (I. 53) behandelte, wobei sich durch den Sauerstoff der Luft das Kupfer oxydirt und durch die verdünnte Säure dann das Oxyd weggelöst wird. Nach dieser Methode scheint im Mansfeld'schen von AUGUSTIN schon längere Zeit Kupfervitriol bereitet zu sein; die Methode wurde aber erst bekannt, seitdem man im Mansfeld'schen versuchte, Granalien von nickelhaltigem Kupfer (II. 550) mit verdünnter Schwefelsäure zu sulfatisiren und durch Krystallisation Kupfer- und Nickelvitriol zu trennen (siehe Nickel). Mit bestem Erfolge wurde dann dieses Verfahren, vielfach verbessert, zu Oker[3]) für silber- und goldhaltige Schwarzkupfer statt der Saigerung (S. 114) 1858 eingeführt und hat dasselbe von dort aus sich schon vielfach ausgebreitet.

[Ex]traction von [Sch]warzkupfer [od]er Kupferstein.

Die schon von KARSTEN[4]) aufgeworfene Frage, ob zweckmässig Schwarzkupfer oder Kupferstein mit Schwefelsäure zu behandeln sei, muss im Allgemeinen zu Gunsten des

1) WINKLER, europäische Amalgamation. 1848. S. 122. — KARST. Arch. 1 R. I, 29.
2) Oestr. Ztschr. 1857. S. 282, 289, 313.
3) B. u. h. Ztg. 1859. S. 165.
4) KARSTEN's Metallurgie. V, 420.

entschieden werden.[1]) Da nämlich in ökonomischer
neben der Ausscheidung von Silber und etwa Gold
tellung eines reinen, möglichst eisenfreien Kupfer-
in Haupterforderniss ist, so bedarfs bei Anwendung
warzkupfer (Oker) zur Abscheidung des Eisenge-
r eines Verblasens (II. 401, 461), bei Kupfersteinen
rg) aber eines mit vorhergehenden Röstungen verbun-
urens im Schachtofen und zuletzt im Flammofen bei
von Quarz, Schwerspath und Kohle (II. 198, 562),
in Schwarzkupfer mit fällt. Die Kohle reducirt dabei
Schwerspath Schwefelbarium, dieses setzt sich mit
nem Kupferoxydul oder Oxyd in Schwefelkupfer
yterde um, welche dann gemeinschaftlich mit dem
dul vom Quarz verschlackt wird. Im Vergleich
schmelzen des gerösteten Kupfersteins auf Schwarz-
nd zum Verblasen desselben ist letzteres Verfahren
t nicht kostspieliger, jedenfalls aber weniger sicher
ich der Eisenabscheidung, so dass bei granulirtem
nen Schwarzkupfer eine gleichmässigere Betriebs-
möglich ist. Auch sind die Manipulationen beim
en von Stein beschwerlicher, als bei Schwarzkupfer-
n. War bei der Steinröstung gebildeter Silbervitriol
llständig zersetzt oder wird beim Lösen zu concen-
hwefelsäure angewandt, so geht Silber in Lösung
ägt sich zuweilen in Krystallen aus den Rohlaugen
was bei Anwendung von Schwarzkupfer kaum vor-
Bei zu schwacher Säure bleiben die Kupferstein-
de zu kupferreich. Die concentrirten Steine müssen
Extraction erst auf Eisen probirt und bei zu hohem
daran nochmals concentrirt werden.

Erzielung schöner grosser Kupfervitriolkrystalle, wie
andel verlangt werden, trägt bei: eine möglichst neu-
sung, weshalb man behuf des Umkrystallisirens die
g des Rohvitriols in zu sauren Mutterlaugen ver-
muss und am besten Wasser oder nur leichte Mut-
n nimmt; eine nicht zu concentrirte Lösung, weil
ch der Abkühlung derselben bis zur Krystallisation

[1]) ... in B. u. h. Ztg. 1864. S. 255.

sofort eine reichliche Bildung kleiner Krystalle eintritt, welche gegenseitig ihr Wachsen erschweren; eine langsame Abkühlung der Laugen durch Bedecken der Krystallisirgefässe, namentlich im Winter, mit Brettern und grösserer Fassungsraum derselben. Ein durch Sieben erzeugtes gleichmässiges Korn gibt dem Product ein egales schönes Ansehen (Freiberg).

Erstes Kapitel.

Schwefelsäureextraction für kupferhaltige Leche, Extractionsrückstände etc.

Theorie.

§. 91. Allgemeines. Dieses Verfahren beruht darauf, dass Kupferoxyd von verdünnter Schwefelsäure sehr leicht, geglühtes Eisenoxyd sehr schwierig (I. 54) und antimonsaure Oxyde und edle Metalle fast nicht (Silber) oder gar nicht (Gold) aufgelöst werden, so dass letztere im Rückstande bleiben, während schwefelsaures Kupferoxyd gewonnen wird. Die Rückstände werden zur Gewinnung der edlen Metalle entweder verbleit (Freiberg) oder dieselben auf nassem Wege ausgezogen (Schmöllnitz); der Kupfervitriol dagegen ist entweder Handelswaare oder wird behuf Darstellung metallischen Kupfers cementirt oder durch gebrannten Kalk zerlegt und der Niederschlag, sowie auch wohl der Vitriol direct Schmelzprozessen unterworfen. Wirksamer, als eine circulirende Extractionsmethode ist eine Rotation der Massen in Fässern (Schmöllnitz) oder das Eintragen der Substanz in erwärmte Säure bis zur thunlichsten Sättigung (Freiberg). Bei einem Gehalt der Substanz an Eisenoxyduloxyd löst sich Eisen in grösserer Menge auf; Kupferoxydulsalze sind weniger löslich.

§. 92. Beispiele.

Freiberg.

1) In Freiberg werden die Kupfersteine aus der Bleiarbeit (II. 198) mit 38—44% Cu im Schachtofen gespurt, die Spursteine mit 58% Cu im Flammofen mit Quarz, Schwerspath und Kohle concentrirt (II. 562; IV. 91), wobei sich der Kupfergehalt auf 70% und mehr anreichert und

r Eisengehalt bis auf 0,3% herabgeht, und dann behuf r Schwefelsäureextraction geröstet, weil die Steine sich gen ihres Blei-, Antimon- und Arsengehaltes für die Austin'sche Extraction (S. 266) nicht geeignet haben. Schon iher [1]) hat man ohne günstigen Erfolg versucht, geröstete bleid silberhaltige Kupfersteine mit Schwefelsäure auszuziehen. i der Schwefelsäureextraction kommen nachstehende Opeionen vor:

a) Zerkleinern des Spursteins. Der Stein wird pocht und durch ein Sieb mit 16 Maschen pro Q. Z. gelagen. 8 Stempel, mit 50 Hüben pro Min., pochen in Stunden etwa 80 Ctr. Stein.

b) Rösten. Posten von 10 Ctrn. werden in einem ammofen nach Art der Mansfelder Doppelöfen (S. 284), icht in combinirten Flamm- und Muffelöfen, in denen leichter nterungen stattfinden) 12 Stunden lang unter stetem rählen geröstet, dann die Masse gemahlen und hierauf och 4 Stunden völlig todt geröstet. Man braucht in 24 tunden 7 Scheffel harte Schieferkohlen.

Das Röstgut wird gesiebt, die Gröbe gemahlen und das emahlene gemeinschaftlich mit dem Siebfeinen extrahirt.

c) Schwefelsäureextraction. Zur Aufnahme des Röstgutes dienen cylindrische Bottiche von $2^2/_3$ Fss. Dchm. und $3^1/_2$ Fss. Höhe, aus $^1/_2$ Z. starken Bleiplatten gefertigt, lurch 3 eiserne Reife und 3 vertikale Eisenstangen von $^1/_4$ Z. Breite und $^1/_2$ Z. Stärke gehalten und auf Böden aus Iartbleiguss mit Rand stehend, da diese durch sich auflegende Krusten viel leiden. Alles Eisenwerk ist mit Bleiblech umlöthet. Das Fass hat 2 Ablassöffnungen, eine untere von 2 Z. Weite unmittelbar über dem Boden zum Ablassen des Rückstandsschlammes, eine zweite 6 Z. über dem Boden zum Ablassen der Rohlauge. Beide Oeffnungen haben einen tutenförmigen Ansatz zur Aufnahme eines mittelst Quetschhahns verschliessbaren Guttapercharohres. Zur Aufnahme des Röstgutes befindet sich im Bottiche ein Bleisieb auf starken Bleihaltern. An einer beweglichen Gabel zur höhern und tiefern Stellung befindet sich in der Mitte jedes

1) Freiberg. Jahrb. 1842. S. 101; 1843. S. 74.

Bottiches ein bleiernes, 2 Z. weites Dampfzuführungsrohr, bis etwa 1 Z. auf den Boden des Gefässes niedergehend. Mittelst Kautschukverbindung sind die einzelnen Rohre mit dem längs den Bottichen hinlaufenden Hauptdampfleitungsrohr verbunden. Der Dampfkessel, auf 3 Atmosphären berechnet und von 125 Q. F. Oberfläche, liefert ausser Dampf zum Lösen solchen zur Bewegung der Maschine und zum Laugendruck mittelst comprimirter Luft. In einem über der Feuerung liegenden Röhrenapparat wird der Dampf überhitzt. Man braucht in 24 Stunden 12 Scheffel Schieferkohlen und 10 Scheffel Sinter.

Ueber den Lösungsgefässen befinden sich etwa 100 Cbfss. enthaltende Reservoire für Schwefelsäure, Wasser und Rohlauge.

Behuf der Auflösung gibt man in jedes Gefäss 3 Cbfss. Rohlauge und 3 Cbfss. ungereinigte Schwefelsäure von 45 bis 47° B., lässt in die Mischung von 34—36° B. überhitzten Dampf einströmen und trägt in die kochende Säure durch einen beweglichen Trichter mit kleinen Handschaufeln allmälig 2 Ctr. Röstgut unter stetem Umrühren ein. Nach ¼ Stunde füllt man das Fass noch mit 9 Cbfss. Rohlauge bis etwa 7 Z. unter den Rand, indem man während der ersten Stunde unter Einwirkung des Dampfes fortwährend umrührt, dann aber nur alle halbe Stunden, wobei die Masse, ohne zu spritzen, in lebhaftem Kochen bleiben muss. Nach etwa 4—5 Stunden stellt man den Dampf ab, lässt die Masse sich ½ Stunde setzen, zapft dann die Lauge durch den oberen Spund in Klärbottiche ab, hierauf den Rückstand in ein besonderes Bassin, wo man ihn mit Wasser aussüsst und dann die Aussüsswasser zur Rohlauge gibt. Die silberhaltigen Rückstände mit 3—5% Kupfer und variablem Silbergehalt werden auf einem mit Blei überzogenen Herde bei schwacher Feuerung getrocknet und an die Bleiarbeit (II. 192) abgegeben. Die Rohlauge von 40—42° B. zieht man, nachdem sich während einer Stunde hauptsächlich basische Eisensalze daraus abgesetzt, in Krystallisationskästen über.

d) Krystallisation von Rohvitriol. Man lässt während 5—7 Tagen aus der Rohlauge Vitriol an Bleistrei-

len anschiessen, zerkleint dann denselben, nachdem die Mutterlauge von 24° B. mittelst Heber abgelassen, sowie Seiten- und Bodengut auf Bühnen gestürzt worden, und krystallisirt diesen von einem Eisengehalt grünlich aussehenden Rohvitriol nochmals um. Die saure Mutterlauge — durch comprimirte Luft, nicht durch Dampfdruck zur Vermeidung einer zu starken Verdünnung auf ein höheres Niveau gebracht — wird noch 2—3mal zur Kupfersteinextraction benutzt, dann während 3—4 Tagen in Bleipfannen von 15 F. Länge, 8 F. Breite und 18 Z. Tiefe bei 4 F. langem, 2 F. breitem und 18 Z. hohem Rost auf 40—42° B. eingedampft, wobei auf 1 Cbfss. Lauge 0,049 Ctr. Schieferkohle und 0,3 Scheffel Sinter erforderlich sind. Man stellt sie dann zum Krystallisiren hin, dampft die dabei erfolgende Mutterlauge abermals auf 40—42° B. ein, krystallisirt und wiederholt dies 3—4mal, bis eine zu eisenreiche grüne, sehr saure Lauge entsteht, welche wegen eines Gehaltes von 2—3% Kupfer noch zum Ablöschen der glühenden Kupfersteinröstposten dient. Der eisenschüssige Mutterlaugenvitriol wird unter Anwendung von Dampf und zwar 1 Ctr. in 6 Cbfss. gut gesättigter Mutterlauge von 24% B. in Kochhitze gelöst, die Lösung unter Abscheidung basischer Eisensalze geklärt und dann Rohvitriol daraus krystallisiren gelassen.

e) Umkrystallisiren des Rohvitriols. Man löst den Rohvitriol in bleiernen Gefässen von der Einrichtung und Grösse der Extractionsgefässe in durch Dampf erhitzter Mutterlauge von 22—24° B. zu einer Lösung von 32° B. auf, klärt dieselbe und lässt sie in 8 F. langen, 4 F. breiten und $2^1/_2$ F. hohen Kästen von 80 Cbfss. Inhalt, die aus 2zölligen Bohlen hergestellt und mit $^1/_{16}$ Z. dickem Bleiblech ausgekleidet sind, während 6—7 Tagen an Bleistreifen von $^1/_2$ Z. Breite als Handelsvitriol auskrystallisiren, ohne dass die Kästen bedeckt sind.

Die Bleistreifen werden auf Klaubbühnen mit hölzernen Klöppeln von den anhaftenden Krystallen befreit, in Handsieben verwaschen und getrocknet, Seiten- und Bodengut ebenfalls gesiebt und zu den Trauben gegeben und das Klein entweder beim Auflösen mit zugesetzt oder getrocknet

in den Handel gegeben. Das Trocknen geschieht in einem Zimmer bei 30—35° R. mittelst eines mit einem gemauerten Mantel umgebenen Kanonenofens, indem man den auf Bühnen 1—2 Z. hoch ausgebreiteten Vitriol einige Stunden umkrählt. In 12 Stunden werden 2 Scheffel Sinter und 1 Scheffel Steinkohlen dabei verbraucht.

Die erfolgende Mutterlauge von 22—24° B. dient wieder zum Auflösen von Rohvitriol.

Die jährliche Production an Kupfervitriol soll auf 15 bis 16000 Ctr. gesteigert werden.

Der Erfolg der Schwefelsäurelaugerei, der Augustin'schen Extraction (S. 269) gegenüber, ergibt sich aus nachstehenden Zusammenstellungen:

A. Halsbrücker Hütte. 2. Halbjahr 1861.

a) Rösten.

Es wurden verarbeitet

1151,2 Ctr. Kupferstein mit
41,75 Pfdthl. Ag u. 71,20 Pfd. Cu.

Verbrauch pro Centner Stein

1,23 Ctr. Schieferkohlen

mit einem Geldaufwand von

9,724 gr. für Brennmaterial
6,088 „ „ Arbeitslöhne.

b) Mahlen, pro Centner Stein

1,122 gr. für Arbeitslohn
2,216 „ „ Unterhaltungskosten.

c) Auflösen.

Auf 1 Ctr. Stein kamen 1,17—2,03 Ctr. Kammersäure und betrug der Geldaufwand pro Centner Stein

4 Thlr. 4,818 gr.

Der Abschluss ergab

5,00% Silberverlust
4,00 „ Kupferverlust

und im Ganzen

70 Ctr. 56 Pfd. Bleigewinn
Geldgewinn 15,90%.

Auf 1 Ctr. Kupferstein

Geldgewinn 5 Thlr. 8 gr. 6,41 Pf.

B. Halsbrücker Hütte. 1. Halbjahr 1862.

212,5 Betriebstage.

a) Vorlaufen.

An Erzen, Zuschlagserzen und Gekrätz
8,59 Ctr. mit 8,205 Pfd. Ag.

An Lauge
1100 Cbfss. à 5 Pfd. Cu.

An Kupferstein vom Rösten und Auflösen
359 Ctr. à 39 Pfdthl. Ag und 69 Pfd. Cu
1716,3 „ à 40 „ „ „ 70 „ „
zusammen 826,53 Pfd. Ag.

An Kammersäure
4096,6 Ctr. = 2330,72 Ctr. von 66° B.

b) Ausbringen.

An Verkaufsproducten
4925,51 Ctr. Kupfervitriol à 25,4 Pfd. Cu à Ctr. 9 1/6 Thlr.
16,85 Ctr. Eisenvitriol à 1 1/3 Thlr.

An Extractionsrückständen
456 Ctr mit
132—229 Pfdthl. Ag, 30 Pfd. Pb und 7—18 Pfd. Cu
zusammen mit 798,51 Pfd. Ag, daher
4,47% Silberverlust.

Schmöllnitz.

2) Zu Schmöllnitz[1]) hat man versucht, die Rückstände von der Entsilberung der Fahlrohkupfer (II. 555; V. 297), welche nach FELIX 34.26 $\dot{C}u$, 42.16 $\dot{C}u\ \dddot{S}b$ (mit 3.75 $\dddot{S}b$), 23,627 $\bar{\bar{F}}e$ und 0.0964 güldisch Ag mit 0.006% Au enthielten, erst in einem Extractionsapparate mit circulirender Lauge, dann in rotirenden Fässern mit verdünnter Schwefelsäure zu behandeln. Die Rückstände, mit einem Gehalte von 5 3/4% Cu, würden sich auf folgende Weise verarbeiten lassen: Behandlung mit Chlorwasser zur Auflösung von Kupfer und Gold und Chlorirung des Silbers, Fällung des Goldes durch Eisenvitriol und des Kupfers durch Eisen oder Aetzkalk; Extraction des Chlorsilbers mit heisser Kochsalzlauge und Zusatz der bleibenden Rückstände

1) Oestr. Ztschr. 1860. S. 331.

bei einem passenden Schmelzprozess; oder gleichzeitige Ausziehung von Gold, Silber und Kupfer nach ROESSNER's Verfahren mit chlorgesättigter Kochsalzlauge (§. 109).

Zweites Kapitel.

Schwefelsäureextraction für Schwarzkupfer.

§. 93. Beispiele.

[Ve]rgleichung [z]wischen [Sa]igerung u. [Sch]wefelsäurelaugerei.

1) Zur Okerhütte wurden früher die Unterharzer Schwarzkupfer (II. 461) durch Saigerung (IV. 114) entsilbert, weniger der Silbergewinnung wegen, als zur Reinigung des Kupfers vom Antimon durch Blei, wobei in Folge der Verluste an Kupfer, Blei und Silber ein Schaden von etwa 3 Thlr. 20 gr. pro Zollctr. Kupfer entstand und ein Silberausbringen von nur 70% aus 5löthigem Schwarzkupfer stattfand.

Bei der statt der Saigerung eingeführten Schwefelsäureextraction der verblasenen granulirten Schwarzkupfer hat man pro Centner Kupfer einen Gewinn von etwa 3 Thlr. $20\frac{1}{2}$ gr. erzielt, das Silberausbringen ist auf 87,7—90% gestiegen und das Ausbringen an Gold auf das 30fache gegen früher. Wegen grosser Verwandtschaft des Goldes zum Kupfer blieb ersteres bei der Saigerung in grösserer Menge im Gaarkupfer zurück.[1]) Es wurden ursprünglich nur die silberreicheren Königskupfer (II. 461) vitriolisirt, später aber dieser Prozess auch auf andere Schwarzkupfersorten übertragen und in Folge dessen zu der 1858 errichteten ersten Vitriolfabrik[2]) neuerdings eine zweite (Taf. III. und IV.) hinzugefügt, in welcher die Arbeiten in nachstehender Weise ausgeführt werden:

[Ma]nipulationen.

α) Lösen der Kupfergranalien. Die zur Aufnahme der Kupfergranalien (S. 114) vorhandenen 3 Lösefässer A

---

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 44. — KERL, Rammelsberger Hüttenprozesse. 1861. Anhang S. 21.

2) B. u. h. Ztg. 1859. S. 362. — KERL, c. l. S. 17, 25. — Handschriftliche Mittheil. des Hütteningenieurs LEHZEN.

(Taf. III. Fig. 75—78; Taf. IV. Fig. 79—81) von 5 Fss. Höhe, 2½ Fss. oberem und 3½ Fss. unterem Durchmesser, durch starke Eisenbänder zusammengehalten und innen mit Blei ausgekleidet, haben über dem Boden eine 4 Z. hohe Oeffnung mit 8 Z. langem und 6 Z. hohem Ausflussgerenne *a* (Fig. 75); 5 Zoll über dem Boden befindet sich ein mit zollweiten Löchern versehener hölzerner Losboden *b*, auf hölzernen Klötzen *c* ruhend. Die Lösegefässe selbst stehen auf einer bleibelegten Bühne *d* mit nach oben gebogenen Bleirändern; darüber befindet sich ein mit einem Geländer umgebenes Tretwerk *B* (Fig, 77, 79).

Man bringt auf den Losboden zunächst grosse Kupferstücke (zerschlagene Kupferscheiben), füllt das Fass 3—4 F. hoch mit Kupfergranalien (etwa 35 Ctr.) und führt, durch Dampf mittelst eines Schlangenrohres *e* bis auf 70° C. erhitzte, verdünnte Schwefelsäure von 28° B. aus einem 10 F. langen, 5 breiten und 5 F. hohen bleiausgeschlagenen Reservoir (Bleipfanne) *C* mittelst eines Bleihebers *f* auf die Granalien. Durch Vermischung der sauren Vitriollaugen mit dieser verdünnten Säure entsteht eine Flüssigkeit von 32—34° B., welche bei der angegebenen Temperatur die kräftigste lösende Wirkung ausübt. Bei zu starker Löseflüssigkeit scheidet sich wasserfreier Vitriol ab, bei zu schwacher bildet sich weniger Vitriol. Der nicht unbedeutende Antimon- und Arsengehalt der angewandten Kammersäure von 48° B. veranlasst demnächst beim Verschmelzen der silber- und goldhaltigen Rückstände, in welchen sich jener Gehalt ansammelt, die Bildung eines unreinen Werkbleies, bei dessen Abtreiben eine nicht unbedeutende Silberverflüchtigung (5–8%) eintritt. Man wendet ausser wegen ihrer grösseren Billigkeit noch um deswillen die Kammersäure und nicht verdünnte gereinigte concentrirte Säure an, weil sie wegen der hohen Lage der Bleikammern freiwillig zufliesst.

Der oben bezeichnete Heber *f*, durch einen kleinen Bleitrichter am höchsten Puncte zu füllen, geht mit dem kürzern Schenkel bis nahe auf den Boden der Bleipfanne *C*, der grössere, in eine Brause mit 5 Oeffnungen und Abschlusshahn darüber endigend, reicht durch einen Ausschnitt im Fussboden hindurch bis ins Lösegefäss *A*.

Um das brausenartige Ende des Bleihebers im Lösegefäss hin und her bewegen zu können, ist derselbe in einem am Fachgebälk befestigten eisernen Haken *h* aufgehängt und, damit sich das Blei an den Aufhängestellen nicht abnutzt, mit einer die Stabilität erhöhenden Eisenhülle bis dicht über den Hahn hinab umkleidet. Mittelst eines eisernen Handgriffes führt man nun den Heber in kreisender Bewegung über den Granalien systematisch umher und stellt, wenn die gebildete Kupfervitriollauge eine kurze Zeit aus dem Lösegefäss durch *a* ausgeflossen ist, den Säurezufluss aus dem Heber ab, damit sich eine neue Oxydhaut auf dem Kupfer bilden kann, indem beim Verdampfen der dasselbe benetzenden Lauge Luft durch die Abflussöffnung eingesogen wird. Man lässt etwa alle Viertelstunden wieder Säure zu, setzt frische Granalien nach, wenn ihre Höhe im Fasse um einige Zoll abgenommen hat, und reinigt das Fass nur dann, wenn es stark verschlämmt ist.

b) Krystallisation von Rohvitriol. Die Vitriollauge gelangt aus den Lösegefässen *A* in ein den Umfassungsmauern des Gebäudes entlang laufendes circa 160 Fss. langes, horizontales Gerinne *D*, welches anfänglich 30 Z. breit, später sich in einen $15^1/_2$ und $8^1/_2$ Z. breiten Theil theilt, auf etwa 30 Fss. Länge 14 Z. tief, von da aber, indem ein Absatz kommt, nur 10 Z. tief ist. Nur das Ende der hölzernen, mit Blei ausgekleideten Leitung neigt sich nach dem Druckfasse *E* zu. Seitlich lehnt sich an das Gerinne *D* eine 20^0 geneigte mit Bleiblech überkleidete Holzbühne *F* (Pritsche) von 3 Fss. Breite und mit 18 Z. hoher Rücklehne zur Aufnahme des aus dem Gerinne ausgeschlagenen Kupfervitriols, worin derselbe beim langsamen Durchfliessen der erkaltenden Lauge in kleinen, sich zu festen Krusten formirenden Krystallen sich ausscheidet. Die Länge des Gerinnes ist so gewählt, dass die an dessen Ende abfliessende Lauge eine nur um etwa 2^0 höhere Temperatur hat, als die Luft.

Man bricht die Krystallkrusten wenigstens alle 3 Tage aus dem Gerenne mittelst kupferner Meissel los, schlägt sie mit Holzschaufeln auf die Pritsche aus und zerkleinert die zusammenhängenden Partien mit hölzernen Hämmern. Der Vitriol aus dem vordersten Gerenne wird in einem

Kasten gewaschen, der aus dem hintern behuf Abscheidung eingeschlossener Mutterlauge auf der Pritsche mit Wasser überssprengt.

Der Rohvitriol wird nochmals behuf der Umkrystallisation aufgelöst und dabei der mechanisch eingeschlossene silber- und goldhaltige Schlamm gewonnen.

Die abfliessende sehr saure Mutterlauge gelangt in das aus 3zölligen Pfosten hergestellte, mit 1zölligen Bleiplatten ausgekleidete und durch starke Eisenbänder und Stangen zusammengehaltene Druckfass *E* von 6 Fss. Höhe, 4 Fss. oberer und $3^1/_2$ Fss. unterer Weite. Dasselbe ruht auf 6zölligen Bohlen *i* (Fig. 76), darunter liegen 8 zöllige eichene Balken *k* und deren Fundament bildet ein gemauerter Sockel *l* von 2 Fss. Höhe.

Von den 3 Oeffnungsansätzen im Fassdeckel (Fig. 76, 82) dient einer, *m*, zur Aufnahme des Trichters, ein zweiter, *n*, zum Einleiten des Dampfes und der dritte, *o*, für ein $2^1/_2$ Z. weites, bis 2 Z. über dem Fassboden ruhendes Steigrohr. Das Schliessen der Einflussöffnung *m* geschieht durch eine eiserne Platte, *a'*, welche mittelst einer Klemmschraube *b'* gegen die eiserne Fassung der ersteren gedrückt werden kann. Zwischen beiden liegt zur bessern Dichtung eine Filzscheibe. Damit der Fassdeckel nicht gehoben werden kann, legt man über denselben einen mehrtheiligen Holzdeckel *p* aus 6zölligen Bohlen, darüber, den Unterzugsbalken *k* entsprechend, zwei 4zöllige Anker *q* und verbindet beide durch 4 Zugstangen *r*.

Sobald das Druckfass bis etwa 1 Fss. unter dem Deckel gefüllt ist, so lässt man den Dampf aus dem Dampfkessel *G* mit etwa $1^1/_2$ Atmosphärendruck auf die Oberfläche der Mutterlauge wirken, welche alsbald mit grosser Heftigkeit sich aus dem Steigrohr *o* in das Reservoir *C* im oberen Stock ergiesst und wegen ihres Säuregehaltes zum Verdünnen der Schwefelsäure dient. Hier befinden sich 2 Reservoire *H* und *I* mit Wasser zum Verdünnen der Laugeflüssigkeit, so wie eine Kiste *K* zur Aufnahme der vorräthigen Granalien. Durch *s* fliesst Wasser in *H* und durch *t* Schwefelsäure in *C*. Neben dem Dampfkessel *G* befindet sich der Kohlenraum *R* und die Arbeiterstube *S*. Die

Treppe *U* führt aus dem ersten ins zweite Stockwerk, *V* aus dem zweiten ins dritte.

c) Auflösen des Rohvitriols behuf Abscheidung von silberhaltigem Schlamm und Umkrystallisiren des Kupfervitriols. Der beim Auflösen des Kupfers zurückbleibende gold- und silberhaltige Schlamm haftet theils den Granalien und Kupferstücken in den Lösungsfässern *A* an, theils gelangt er mit der Vitriollauge ins Gerenne *D* und wird von dem auskrystallisirenden Kupfervitriol eingeschlossen. Man reinigt das Kupfer deshalb alle Jahre einmal und setzt einen neuen Losboden ins Fass ein.

Zur Abscheidung des Schlammes aus dem Rohvitriol lässt man denselben aus dem zweiten Stockwerk auf einer geneigten Ebene in eine 11 Fss. lange, 10 Fss. breite und $2\frac{1}{2}$ Fss. hohe bleierne Siedepfanne *L* mit rauchverzehrender Feuerung, Fuchs *y* und Esse *z* gleiten, nachdem dieselbe mit Wasser, resp. Mutterlauge aus den Krystallisirkästen gefüllt und diese auf 80—81° R. erhitzt ist. Unter stetem Rühren zur Vermeidung von Bodenansätzen trägt man so viel Vitriol ein, dass im Sommer eine Lösung von etwa 29, im Winter von 28° B. entsteht. Sobald die Temperatur bis auf 60° gesunken ist, während welcher Zeit die Klärung der Lauge eintritt, stellt man in die Pfanne *L* einen Bleikasten mit niedrigem Rande und senkt in diesen den Heber ein, damit kein Schlamm mit übergeht.

Die geklärte Lauge leitet man mittelst eines Gerennes in bleiausgeschlagene Krystallisirkästen *M* von solchen Dimensionen, dass jeder die Lauge von einem Sude aufnehmen kann. Es sind 10 Kästen *M* von 9′ 4″ Länge, 4′ 6″ Breite und 3′ 6″ Höhe vorhanden. Zur Erzeugung grosser, im Handel gesuchter Krystalle sind die S. 307 angegebenen Umstände wirksam. Ist nach 10 Tagen die Krystallisation beendigt, so lässt man die Mutterlauge mittelst eines Hebers in das auf dem tiefsten Puncte der geneigten Sohle befindliche Gerenne *u* ab, durch welches sie in ein Druckfass *N* fliesst und neben Wasser wieder zum Auflösen des Rohvitriols benutzt wird. Sind die Mutterlaugen zu sauer geworden, so werden sie zum Auflösen von Granalien verwandt.

Gewöhnlich wird jedes vierte Druckfass voll Mutterlauge ins Säurereservoir *C* durch das Rohr *v* emporgedrückt. Setzt der Heber ab, so öffnet man das Grundzapfloch, lässt das Fass leer laufen, hebt den an Bleistreifen angeschossenen Vitriol aus, schlägt ihn davon mit hölzernen Kleppern ab, trennt mit kupfernen Spitzhacken die Krystalle von den Seiten und dem Boden los, wäscht sie in hölzernen Schwingen in einem Wasserkasten *O*, lässt sie auf einer Pritsche *P* ablaufen und trocknet sie auf Trockengerüsten *x* in einem geheizten Zimmer *Q* mittelst eines Ofens *w*, worauf der Vitriol in Fässer verpackt ins Magazin *T* kommt. Unreines Bodengut wird nochmals aufgelöst.

Der Oker'sche Vitriol ist fast chemisch rein und die grossen Krystalle (*a*) sind von den kleinen (*b*) in der Zusammensetzung nicht verschieden, wie die folgenden Analysen von Werlisch[1]) zeigen:

	a.	*b.*
$\dot{C}u$	30,595	31,881
$\dddot{S}$	34,335	34,311
$\dot{H}$	35,727	35,868
Zn	Spr.	Spr.
Fe	Spr.	Spr.

Im Jahre 1863 producirten beide Vitriolhütten 7648,44 Ctr. Kupfervitriol, 143 Ctr. Rückstände (darin 269 Pfd. Blicksilber) und 239 Pfd. Ag aus den Rückständen von 1862, wozu verbraucht wurden: 1998 Ctr. Kupfer, 2997,8 Ctr. Schwefelsäure (auf 66° B. berechnet), 92,70 Ctr. Walzblei bei Reparaturen, 6,21 Ctr. Zink zum Löthen der Bleigefässe und 6000 Ctr. Steinkohlen.

d) Verbleiung der gold- und silberhaltigen Rückstände. Der Schlamm bleibt während zweier bis dreier Sude in der Lösepfanne, dann wird er darin soweit mit Wasser verdünnt, dass sich kein Vitriol abscheidet, hierauf Lauge und Schlamm in einen Waschkasten abgeh . Nach dem Klären wird die Lauge mittelst eines

Hebers abgezogen, ins Druckfass geleitet und wieder zum Auflösen von Rohvitriol benutzt und der Schlamm wiederholt mit Wasser ausgewaschen. In Gestalt einer bleigrauen Masse enthält derselbe ausser Gold und Silber hauptsächlich schwefelsaures, antimonsaures und arsensaures Bleioxyd und Kalkerde und metallisches Kupfer mit etwa 3% güldischem Silber, 6% Kupfer und 30% Blei. Nach Ulrich enthielt solcher getrockneter Schlamm:

Silber	3,068%
Metallisches Kupfer	7,400 „
Blei mit wenig Kupfer	23,100 „
Kalkerde	8,300 „
Schwefesäure	16,200 „
Antimon und Arsen	27,000 „

Der bedeutende Antimon- und Arsengehalt kommt weniger durch die Kupfergranalien in den Rückstand, als durch die mit diesen Stoffen verunreinigte, durch Rösten der unreinen Erze dargestellte Kammersäure[1]), aus welcher dieselben durch Kupfer zum Theil metallisch ausgefällt werden, theils sich um so mehr abscheiden, je mehr die Schwefelsäure, worin sie in Auflösung waren, durch Kupferoxyd gesättigt wird.

Zur Ausziehung des Silber- und Goldgehaltes wird der noch feuchte Schlamm mit gepochter Glätte in dem Volumverhältniss von etwa 2 : 1 angemengt, zu etwa 3zölligen Kugeln (Batzen) geformt, diese im Vitrioltrockenraum getrocknet und noch mit soviel Glätte, Oberharzer Schliegschlacke und Schlacken von der Kupfererzarbeit nach Erforderniss bei 8—10 Lin. Pressung und 1¾ Z. Düsendurchmesser im Frischofen (II. 257) verschmolzen, dass Werke von über 1¼% Ag erfolgen. Man probirt entweder den Schlamm vor dem Beschicken auf seinen Silbergehalt oder die während der Arbeit fallenden Werke und regulirt nach dem gefundenen Silbergehalt den Glättezusatz. Nach der Aufarbeit des ganzen Schlammvorrathes am Jahresschluss wird in demselben Ofen der Abzug vom vorigjährigen Trei-

1) Kerl, c. l. S. 155. Anh. S. 25. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 362; 1865.

ı durchgesetzt. Die erfolgenden Werke werden vertrieben
l der gefallene blei- und silberreiche Stein mit über 1% Ag
l demnächst für sich extrahirt werden. Die Schlacken
ten 0,005% Ag. Wegen des bedeutenden Antimon- und
sengehaltes der Werke und der erforderlichen vorsichtigen
tfernung der Glätte, damit nicht zu viel Silber in den
'ischenproducten bleibt, dauern die Treiben verhältniss-
ssig lange (39—40 Stunden) und es entsteht aus beregten
sachen ein nicht unbedeutender Silberverlust.

Im Jahre 1863 erfolgten vom Verschmelzen der 175 Ctr.
.ckstände von 1862 mit 224,905 Ctr. Glätte, 10 Ctr. Ab-
g, 1 Scherben Oberharzer Schliegschlacken und
hlacken von der Kupferarbeit 188,64 Ctr. Werke mit
% Ag, 66,10 Ctr. Stein mit 1,12% und 105 Ctr. Schlacken
t 0,005% Ag bei einem Aufwand von 14 Karren à 100 Cbfss.
ohlen und 37 Balgen à 3 Cbfss. Koks. — Bei einem
.stündigen Treiben gab obiges Werkequantum mit einem
ufwand von 13½ Schock Wasen und 27 Himpten Mergel

7 Ctr.	Abzug mit	37,25 Pb	35,12 Cu	und	0,053	Ag
15 „	erst. Abstrich	87,31 „	0,5 „	„	0,040	„
2 „	zweit. „	77,00 „	0,87 „	„	0,0075	„
35 „	Glätte	91,75 „	— „	„	0,01875	„
41 „	Herd u. Krätz	72,00 „	— „	„	0,01375	„

39 Pfd. güldisch Blicksilber mit 950 Taus. Feingehalt.

Von den in die Arbeit gegebenen 224,905 Ctr. Glätte
gingen 34,75 Ctr. Blei verloren; Silberverlust 8,4%. Gold-
gehalt der Feinsilber in den letzten 3 Jahren 1,5—1,7%.

Sonstige Werke.

2) Die auf anderen Werken eingeführte Schwefelsäure-
laugerei [Oberharz[1]), NORMANDY's[2]) Methode etc.] weicht
von dem Oker'schen Verfahren nur unwesentlich ab.

---

1) B. u. h. Ztg. 1864. S. 353.
2) B. u. h. Ztg. 1860. S. 39.

II. Gold.

olderze.

§. 94. Golderze. Das Gold findet sich meist nur in gediegenem Zustande (I. 703) in Gestalt von Blättchen, Körnchen etc. oder in grösseren Stücken, stets legirt mit Silber (1—40%) und ausserdem wohl kleine Mengen von Fe, Cu, Hg, Pd, Pl, Ir etc. enthaltend.[1])

Seltener ist das Gold vererzt, z. B. im Blättertellur, $(Pb, Au)^2 (S, Te, Sb)^3$ mit 6,5—8,5% Au und Schrifterz $Ag Te^3 + Au Te^3$ mit 26 Au; wahrscheinlich treten auch Antimon, Arsen und Schwefel in manchen goldhaltigen Kiesen als Goldvererzer auf, vielleicht in einer Verbindung[2]) von $\dddot{A}u^2 (\dddot{A}s, \dddot{S}b)^3$.

Je nachdem sich das Gold noch auf seiner ursprünglichen Lagerstätte findet oder nicht, unterscheidet man:

;gold auf ängen.

1) Berggold, meist in Gangquarz[3]), welcher umgeänderte Schiefer durchbricht und in der Nähe eruptiver Gesteine am goldreichsten ist. Selten findet sich Gold in den ältesten geschichteten Gesteinen, meist in der stark metamorphosirten silurischen, devonischen und Kohlenformation,

1) Abkunft des Au: Bgwfd. XXI, 66. -- Theorien über das Vorkommen auf Gängen oder andern Lagerstätten: B. u. h. Ztg. 1860. S. 178. — Geograph. Verbreitung des Goldes: Karsten's Metallurgie. I, 233. B. u. h. Ztg. 1851. S. 729; 1862. S. 275. Polyt. Centr. 1854. S. 885. Erdm. J. f. pr. Chem. LXI, 435. — Cotta's Erzlagerstätten I, 59. II, 589. — v. Dechen, Statist. d. zollver. Deutschl. I, 752.

2) Plattner, Probirkunst. 1853. S. 417. -- Grützner, die Augustin'sche Extraction. 1851. S. 164. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 267.

3) B. u. h. Ztg. 1859. S. 140.

.d zwar am häufigsten in ersterer, am wenigsten in den ınglomoraten der letzteren.

Nicht selten trifft man das Gold gediegen oder vererzt Gesellschaft anderer Schwefelmetalle, namentlich n Schwefel- und Arsenkies, auch Kupferkies, Zinkblende, eiglanz, Schwefelantimon, Silbererzen, Molybdänglanz etc. scheint im Allgemeinen der Goldgehalt mit der Teufe zunehmen.[1])

Vorkommnisse der Art finden sich z. B. in Siebenirgen[2]) (Nagyág, Vöröspatak, Offenbánya), Unırn[3]) (Nagybánya, Felsöbánya, Kapnik, Kremnitz, agurka etc.), Freiberg[4]) (Kiese mit 0,00003—0,0015% u), Baiern[5]) (Bodenmais, Goldkronach), Salzurger Alpen[6]) (Rathhausberg, Graubündten etc.), ardinien[7]), Nordwales[8]), Australien[9]) (Südaustra-.en, Victoria), Californien[10]), Neuschottland[11]), arolina[12]) etc.

---

1) Bericht über die erste allgem. Versamml. der Berg- u. Hüttenmänner in Wien. 1859. S. 27, 32, 44. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 285.

2) COTTA's Erzlagerst. II, 270. — B. u. h. Ztg. 1861. S. 173. — Erste Versamml. d. Berg- u. Hüttenmänner in Wien. 1859. S. 31.

3) COTTA, c. l. II, 290. — Oestr. Ztschr. 1856. S. 58.

4) B. u. h. Ztg. 1848. S. 628, 649. — COTTA's Gangstudien. 1857. III. Heft 1 u. 2.

5) COTTA's Erzlagerst. II, 62. — B. u. h. Ztg. 1857. S. 205 (Bodenmais).

6) COTTA's Erzlagerst. II, 318. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 329; 1860. S. 119.

7) B. u. h. Ztg. 1857. S. 272; 1863. S. 342.

8) B. u. h. Ztg. 1862. S. 278, 289, 292. — Schlesische Wochenschr. 1861. Nr. 29.

9) B. u. h. Ztg. 1859. S. 26; 1863. S. 426; 1864. S. 345. — Ann. d. min. 5 sér. III. 1853. — COTTA's Gangstud. II, 346.

10) LAUR, de la production des métaux précieux en Californie. Paris, 1862. — (Allgem. B. u. h. Ztg. 1862. S. 264, 340). — Bgwfd. XIX, 150. — DINGL. Bd. 143. S. 398. — Oestr. Ztschr. 1857. S. 292. — Preuss. Ztschr. IV, 104, 132. — Berggeist. 1857. S. 140, 536. — Ann. d. min. 1856. IX.

11) B. u. h. Ztg. 1862. S. 277.

12) COTTA's Gangst. 1857. III. Heft 1. 2.

Berggold auf Lagern.

Seltener, als auf Gängen, findet sich das Gold in Lagern, z. B. in den Alpen[1]), im Rammelsberg[2]) bei Goslar (nach neuesten Ermittlungen $\frac{1}{6,573,200}$ Gold in den Erzen, hauptsächlich an Kupferkies gebunden), Reichenstein[3]) in Oberschlesien etc.

Ein geringer Goldgehalt ist von ECKFELDT[4]) in vielen Erzen und von PERCY und SMITH[5]) in manchen Kunstproducten (Mennige, Glätte, Bleiweiss etc.) gefunden worden.

Seifengold.

2) Wasch- oder Seifengold[6]) auf secundairen Lagerstätten in Form von Staub, feinen Blättchen, Körnern und grösseren Stücken. Die Hauptmasse des Seifengebirges besteht aus Thon und Quarzsand, zwischen welchem neben Gold Glimmerblättchen, Gerölle von Grünstein, Serpentin, Chloritschiefer, Syenit, Körner oder Krystalle von Magnet-, Titan-, Chromeisenstein und Eisenglanz, Granat, Epidot, Korund, Spinell, Topas, Zirkon, Periodot, Chrysoberyll [z. B. in Californien c. l., Australien c. l. und Columbien[7])], desgleichen von Platin [Sibirien[8])] und Diamanten [Brasilien[8])]. Auch finden sich solche Goldseifen in Deutschland[9]) [Rhein, Edder, Thüringer Wald[10]), Fichtelgebirge etc.], Ungarn, Siebenbürgen, Banat, Alpen, Frankreich, Irland etc.

Der grösste Theil des im Verkehr circulirenden Goldes wird aus Goldsand gewonnen.

Goldproben.

§. 95. Goldproben. Da das in der Natur vorkommende Gold stets von Silber begleitet ist, so bezwecken die

1) COTTA's Erzlagerst. II, 313.
2) B. u. h. Ztg. 1853. S. 481; 1860. S. 44; 1864. S. 370. — KERL, Rammelsberger Hüttenprozesse. 1861. S. 3; Anh. S. 21.
3) COTTA's Erzlagerst. II, 229.
4) WAGNER's Jahresbericht 1861. S. 88.
5) Polyt. Centr. 1853. S. 888; 1854. S. 885.
6) BREITHAUPT, Winke für das Aufsuchen des Goldes in Alluvionen: B. u. h. Ztg. 1853. S. 595.
7) B. u. h. Ztg. 1862. S. 275.
8) Citate siehe §. 98.
9) DECHEN, c. l. — COTTA's Erzlagerst. II, 589.
10) Wochenschr. d. schles. Ver. für Berg- und Hüttenwesen. 1864 Nr. 78.

Goldproben zunächst die Abscheidung des silberhaltigen Goldes aus Erzen und Producten, sodann die Scheidung des Goldes vom Silber.

Während die erstere Operation entweder in mechanischen Waschprozessen besteht oder auf trocknem Wege im Probirofen oder vor dem Löthrohr, seltener auf nassem Wege (PLATTNER's Goldprobe) ausgeführt wird, so geschieht die Trennung des Silbers vom Golde fast nur auf nassem Wege.

Probenehmen.

Da das Gold metallisch und meist ungleichmässig vertheilt in den Erzen vorkommt, so muss man von vorliegenden Haufwerken grössere Quantitäten (40—60 Ctr.) Probe nehmen, das Probirgut unter Walzen oder Hämmern bis zur Bohnengrösse zerkleinern, das Zerkleinte gut mengen und zu Haufen aufstürzen, von denen man wieder 3—4 Ctr. nimmt, diese auf einer Eisenplatte feinreibt, abermals mengt und daraus gebildete Haufen verjüngt, bis etwa 20 Pfd. Probirgut erfolgen. Dieses wird feingerieben, durch ein feines Drahtsieb geschlagen, das Siebfeine 6—10fach auf Gold probirt und der Gehalt der auf dem Siebe gebliebenen Goldblättchen hinzugerechnet.

I. Gewöhnliche decimastische Proben.

A. Darstellung von silberhaltigem Gold aus Erzen.

1) Verfahren für reichere Erze mit gediegen Gold.

Mechanische Goldprobe.

a) Mechanische Probe durch Verwaschen[1]) für Goldsand, rohe Kiese oder geröstete Kiese, wenn das Gold darin vererzt ist. Mittelst dieser Probe lässt sich auch nachweisen, ob in goldhaltigen Kiesen das Gold gediegen oder vererzt vorkommt, wenn man den rohen Kies verwäscht. Nach v. TSCHEFFKIN[2]) soll beim Rösten goldhaltiger Kiese ein bedeutender Goldverlust entstehen, was aber durch die

1) WEHRLE, Probir- und Hüttenkde II, 526. — Oestr. Ztschr. 1853. S. 288.

2) TSCHEFFKIN, über den Gold- und Silberverlust bei Röstarbeiten. Weimar 1836. S. 10.

Versuche von WINKLER[1]), AIDAROW[2]), PLATTNER[3]) und BECQUERELL[4]) widerlegt ist. Als Beispiele mögen folgende dienen:

α) In Amerika wendet man hölzerne lackirte Scheiben von 18 Z. Durchmesser an, legt in eine Vertiefung des Centrums das Erz und spült durch rasches Drehen die leichteren Theile weg.

β) In Siebenbürgen und Ungarn[5]) verwäscht man zur Bestimmung des freien Goldes (Mühlgold) 100 Loth Erzmehl auf einem rectangulairen Scheidetroge von 24 Z. Länge, 18 Z. Breite und 4 Z. Tiefe, bildet mittelst eines aus einem Horne tretenden feinen Wasserstrahles aus dem abgeschlemmten Golde einen $^1/_6$ Lin. breiten Streifen, wo dann jede mit dem Zirkel gemessene Linie des Streifens einem Gehalt von 1 Lth. Mühlgold in 1000 Ctr. Pochgängen entspricht.

Amalgamirprobe. b) Amalgamirprobe. THOMPSON[6]) lässt Quecksilberdämpfe an Kiesstückchen treten und schätzt nach den durch die Loupe zu erkennenden, oberflächlich entstandenen weissen Stellen den Goldgehalt.

Schmelzprobe. c) Schmelzprobe. Erdige Erze werden zur Verschlackung der Erden mit Potasche und Borax in einem Tiegel zusammengeschmolzen.

Ansiedeprobe. d) Ansiedeprobe. Diese am häufigsten angewandte Probe wird wie bei Silberproben (S. 14) ausgeführt, indem man 1 Ctr. Erz mit etwa dem 8fachen Blei oder mehr und $^1/_2$ Ctr. Borax — nöthigenfalls mit Zusatz von etwas Silber — ansiedet und den Bleikönig abtreibt. Nach AIDAROW[7]) findet beim Ansieden kein Goldverlust statt, wohl aber durch den Capellenzug beim Abtreiben, indem sich das Gold nur

1) LAMPAD. Fortschr. 1839. S. 58. — ERDM. J. f. pr. Chem. 1839. Nr. 4.
2) Bgwfd. XVIII, 1.
3) PLATTNER's Röstprozesse. 1856. S. 127.
4) Bgwfd. V, 51.
5) Leob. Jahrb. 1862. XI. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 319.
6) DINGL. Bd. 167. S. 154. — B. u. h. Ztg. 1863. S. 271.
7) Bgwfd. XIII, 1. — PLATTNER's Röstprozesse. 1856. S. 127.

dann in die Capellen einsaugt, wenn es durch Ansieden mit Blei vereinigt ist. Setzt man auf der Capelle eingeschmolzenem Blei Gold zu, so findet beim Cupelliren kein Goldverlust statt. Nach MAKINS[1]) verflüchtigt sich auch Gold beim Cupelliren. Derselbe fand in dem Russ aus dem Feuercanal eines nur zu Goldproben benutzten Capellenofens 0,087 Au und 0,773 Ag in 1000 Theilen.

Zu Arany-Idka werden die Geschicke mit 0,0001 bis 0,0005% Au so vielfach angesotten, dass man wenigstens 1—2 Probirpfd. güldisches Silber erhält, welches dann mit Salpetersäure geschieden wird.

Analytische Probe.

e) Analytische Probe. Sehr reiche Golderze behandelt man wiederholt mit dem 6—12fachen Königswasser (1 $\ddot{N}$ und 2 Cl H), filtrirt, schlägt aus dem Filtrat das Gold durch Eisenvitriol nieder und treibt dasselbe mit Blei ab.

STAPFF's Probe.

f) Probe von Stapff.[2]) Man schmilzt goldhaltigen Schwefelkies etc. mit Schwefel und kohlensaurem Alkali, laugt das gebildete Goldsulphidsalz aus, fällt aus der Lösung mit verdünnter Schwefelsäure Schwefelgold und treibt dieses mit Blei ab oder löst es in Königswasser und fällt durch Eisenvitriol.

2) Verfahren für ärmere Erze.

Ansiedeprobe.

a) Ansiedeprobe. Man stellt mit einer grösseren Quantität Erz (10—50 Probirctnr.) Concentrationsproben an, röstet kiesige Erze auch zuvor ab und zieht wohl durch chlorfreie Salpetersäure aus dem Röstgut die löslichen Metalloxyde vor dem Ansieden aus.

Schmelzprobe.

b) Schmelzprobe für sehr arme Erze. Erdige Erze können direct verwandt werden; von kiesigen werden nach PLATTNER[3]) 1—3 Pfd. Civilgewicht entweder unter der Muffel oder auf einem thonüberzogenen Eisenblech über einem Windofen oder Kohlenbecken völlig abgeröstet, dann mit $\frac{1}{2}$—$\frac{1}{4}$ Pfd. Kali- oder Natronglas, $\frac{1}{4}$ Pfd. schwarzem Fluss (oder $\frac{1}{2}$ Pfd. Potasche und 2 Lth. Mehl) und 1 Pfd. Probirblei zusammengemengt, entweder in einen hessischen

---

1) B. u. h. Ztg. 1861. S. 407.
2) B. u. h. Ztg. 1858. S. 420.
3) PLATTNER's Röstprozesse. 1856. S. 129.

Tiegel gethan oder in mehrere Tuten vertheilt, und mit Kochsalz bedeckt, 2 Stunden geschmolzen. Das erfolgende Werkblei wird zerschnitten, die einzelnen Stücke auf Ansiedescherben durch Verschlacken zu einem König concentrirt und dieser abgetrieben.

Statt metallischen Bleies wendet man zweckmässig Glätte und Kohlenstaub oder nach PETTENKOFER[1]) wegen des Schwankenden der Glätte in ihrem Gehalt an edlen Metallen Bleizucker an.

Zu Schemnitz[2]) beschickt man z. B. arme geröstete Erze mit einem Fluss aus 28 Pfd. Potasche, 24 Pfd. Glätte, 1½ Pfd. Colophonium und 8 Loth Kohlenstaub, indem man 1½ Lth. Röstgut mit 7 Lth. solchen Flusses (3.65 Potasche, 3.12 Glätte, 0.20 Colophonium und 0.03 Kohle) in einem Tiegel schmilzt.

PLATTNER's Probe.

c) PLATTNER's Chlorationsprobe[3]) für sehr arme kiesige Erze. 50—200 Grm. davon werden in vorhinniger Weise auf einem Eisenblech möglichst vollständig abgeröstet und in angefeuchtetem Zustande in einem mit Kautschuk überbundenen Glascylinder mit salzsäurefreiem Chlorgas imprägnirt, welches durch einen Tubulus unten in den Cylinder eintritt und oben durch die Kautschukplatte mittelst einer Glasröhre in einen zweiten Cylinder geleitet wird, mit durch Spiritus angefeuchtetem Löschpapier gefüllt ist.

Auf dem Boden des ersten Cylinders befindet sich bis über dem Tubulus ein Filter von gröberen und darüber feineren Quarzstücken. Zu einer Operation reichen 10 Grm. Braunstein und 40 Grm. Salzsäure und 10 Grm. mit gleichem Gewicht Wasser verdünnte Schwefelsäure aus.

Das gebildete Goldchlorid wird mit heissem Wasser extrahirt, die Flüssigkeit mit Salzsäure etwas angesäuert, das Gold durch Eisenvitriol abgeschieden und noch mit Blei abgetrieben.

1) Bgwfd. XI, 49. — Polyt. Centr. 1846. S. 514.
2) Oestr. Ztschr. 1856. S. 269.
3) PLATTNER's Löthrohrprobirkunst. 1853. S. 570.

B. Proben für goldhaltige Legirungen.

Silberhaltig Gold.

1) Silberhaltiges Gold. Ein solches erfolgt meist beim Probiren der Erze (S. 325) und anderer Producte, auch enthält das in den Scheidungen gereinigte Gold immer einige Tausendtheile Silber. Zur Bestimmung des Goldgehaltes in solchen Legirungen wird in den deutschen Münzwerkstätten nachstehendes Goldprobirverfahren [1]) ausgeführt:

Probirgewichte.

Als Einheit des Probirgewichts dient $^1/_2$ Gramm, welches in 1000 Theile getheilt wird und als kleinste Gewichte ganze Tausendtheile enthält, während aber die Probirwage bei einer Belastung mit der Probireinheit ($^1/_2$ Grm.) auf jeder Schale wenigstens noch $^1/_4$ Tausendtheil angeben muss.

Probenehmen.

Das Probenehmen geschieht entweder und am besten von Granalien (I. 114), von denen man die geeignetsten im gut getrockneten Zustande auswählt und sie behuf des Einwägens ausplattet, weil sie Wasser einschliessen könnten. Bei vorliegenden Goldbarren (gewöhnlich von 10 Pfd. Gewicht) nimmt man Aushiebe (I. 109) von der oberen und unteren Fläche und hält sie fürs Auswägen getrennt. (Zu Oker enthielt z. B. die Oberprobe von einem Scheidegoldbarren 992,8 und die Unterprobe 982,4—990,4 Taus. Feingold.) 1 Gramm Probemetall ist für eine Goldprobe mit vorzubehaltender Wiederholung genügend.

Probirverfahren.

Man scheidet nun das silberhaltige Gold mittelst Salpetersäure (Scheidung durch die Quart), wobei aber, damit sich das Silber möglichst vollständig auflöst, auf 1 Theil Gold wenigstens $2^1/_2$—3 Theile Silber vorhanden sein müssen, weil bei weniger Silber das Gold zu dicht bleibt und die Salpetersäure nicht ins Innere der Legirung eindringen kann. Nimmt man viel mehr Silber, als das 3fache, so löst sich dasselbe zwar vollständig auf, aber das Gold bleibt statt in cohärentem Zustande als Pulver zurück, welches beim Auswiegen leichter Verluste zulässt, und das feiner im Silber vertheilte Gold hält nach PETTENKOFER [2])

1) DINGL. Bd. 144. S. 41. — Polyt. Centr. 1857. S. 1151, 1471, 1639. BODEMANN-KERL's Probirkunst. 1857. S. 358.

2) Bgwfd. XII, 6.

leichter Silber zurück. Ein etwaiger Kupfergehalt des Goldes muss vor der Scheidung durch Abtreiben mit Blei entfernt werden.

Vorprobe. Um nach Vorstehendem eine richtige Probe vornehmen zu können, bedarfs zuvor einer ungefähren Ermittlung des Goldgehaltes durch eine Vorprobe, um einen entsprechenden Blei- und Silberzusatz zu geben. Man wiegt zu diesem Zwecke 500 Tausendthle. (1/4 Gramm) ein, treibt sie mit dem 32fachen Blei ab und erhält so ein aus Gold und Silber bestehendes Korn, nach dessen Gewicht und Farbe der Goldgehalt in den meisten Fällen annähernd genug (bis auf 50 Tausendtheile) beurtheilt werden kann, um danach den Silber- und Bleizuschlag zu bestimmen. Bei tiefgelber Farbe des Korns beschickt man mit dem 3fachen, bei hellgelber mit dem 2fachen Gewicht und bei weisser Farbe fügt man ein gleiches Gewicht Silber hinzu. Genauer wird die Vorprobe und gleichzeitig eine ungefähre Bestimmung des Silbergehaltes zulässig, wenn man die Legirung mit dem 3fachen Silber und dem 32fachen Blei im Münzprobirofen (S. 31) in höherer Temperatur als bei Silberproben abtreibt, das erfolgende Korn ausplattet, aufrollt, einmal mit Salpetersäure behandelt und das ausgesüsste und geglühte Röllchen wiegt.

Weniger genau, als diese Probe, ist die Voruntersuchung der Legirung mittelst des Probirsteins.[1])

Hauptprobe. Die Hauptprobe wiegt man doppelt, jedesmal zu 500 Taus., unter Umschalen ab und zwar nimmt man bei Aushieben aus Barren vom obern und untern Aussieb je 500 Taus., thut das Abgewogene in ein Skarnitzel von feinem Papier oder dünnem Bleiblech, dazu die erforderliche Menge goldfreien Silbers — unter Berücksichtigung des in der Legirung enthaltenen Silbers — und setzt das Skarnitzel auf das in der Capelle bereits zum Treiben gebrachte Blei.

Die anzuwendenden Silber- und Bleimengen, letztere am besten in Kugelform gegossen und vorräthig gehalten, ergeben sich aus nachstehenden Zusammenstellungen:

1) Wehrle, Hüttenkde. II, 531.

Silberbeschickung.

dgehalt in usendthl.	Silberbeschickung für 500 Taus. der Probirgewichtseinheit. 2½ Theile. Tausendthl.	3 Theile. Tausendthl.	Goldgehalt in Tausendthl.	Silberbeschickung für 500 Taus. der Probirgewichtseinheit. 2½ Theile. Tausendthl.	3 Theile. Tausendthl.
1	1,25	1,5	60	75	90
2	2,50	3	70	87,50	105
3	3,75	4,5	80	100	120
4	5	6	90	112,50	135
5	6,25	7,5	100	125	150
6	7,50	9	200	250	300
7	8,75	10,5	300	375	450
8	10	12	400	500	600
9	11,25	13,5	500	625	750
10	12,50	15	600	750	900
20	25	30	700	875	1050
30	37,50	45	800	1000	1200
40	50	60	900	1125	1350
50	62,50	75	1000	1250	1500

Bleischweren.

Feines Gold	8fach Blei
980—920 Taus.	12 „ „
920—875 „	16 „ „
875—750 „	20 „ „
750—600 „	24 „ „
600—350 „	28 „ „
350— 0 „	32 „ „

Beim Abtreiben zieht man die Capellen, wenn die lasse nach dem Einsatz der Legirung wieder angetrieben t, in der Muffel bis auf die Stelle vor, wo sonst die Silerproben abzublicken pflegen, und schiebt sie, sobald etwa s des Bleies abgetrieben sind, wieder in den hintern Theil er Muffel zurück, damit das Abblicken vollständig in höher Temperatur, als bei Silberproben, geschieht. Weniger s Spratzens wegen, als um dem Korn grössere Dehnbareit zu erhalten, nimmt man die Proben langsamer heraus,

als beim Silber. Nach NAPIER[1]) veranlasst ein zunehmender Kupfergehalt in der Legirung einen steigenden Goldverlust.

Die Körner werden unter gleichmässiger Andrückung des Randes abgebürstet und unter wiederholtem Glühen mittelst eines glatten Hammers auf einem Ambos zu einem kreisförmigen Plättchen von etwa 18 Millim. Durchmesser ausgeplattet, wobei man, um Kantenrisse zu vermeiden, den Rand zuweilen beklopft. Bequemer streckt man die etwas ausgeplatteten Körner unter einem kleinen Walzwerk (Taf. IV. Fig. 83) zu einem etwa 25 Millim. langen und 12 Millim. breiten ovalen Plättchen, welches sich über einer Spitzzange oder einem Stäbchen ohne Schwierigkeit zu einer losen Spirale aufwickeln lassen muss, nachdem dasselbe vorher mittelst eines Punzens und Hammers numerirt und dann schwach geglüht worden.

Die Walzen *A*, mittelst der Federn *b* aus einandergehalten, werden durch die Schraube *d* enger oder weiter gestellt und mittelst der Handhabe *a* und des Getriebes *c* bewegt. Dabei ist der Fuss *d* auf einem Tische mittelst einer Zwinge befestigt.

Beide Röllchen von einer Probe werden in einem gut gekühlten Glaskölbchen (Taf. IV. Fig. 84) mit dem 10 bis 12fachen (etwa 10 Gramm) reiner Salpetersäure von 1,2 spec. Gew. so lange gekocht, bis keine rothen Dämpfe mehr entweichen. Das Erhitzen kann in einem Gestell über Kohlenfeuer, einer Spirituslampe, mittelst Leuchtgases[2]) etc. geschehen. Man giesst dann die Silberlösung von Goldröllchen ab, erhitzt sie durch eine gleiche Menge vorher kochend heiss gemachter Säure von 1,30 spec. Gew., kocht etwa 10 Minuten und wiederholt den Säureaufguss und das 10 Min. lange Kochen nochmals, wenn der Goldgehalt muthmasslich über 750 Taus. beträgt.

Das Stossen der Flüssigkeit beim Kochen vermeidet

1) Polyt. Centr. 1858. S. 968.

2) PELIGOT und LEVOL's Goldscheidungslaboratorium in Paris: Polyt. Centr. 1854. S. 1442; 1857. S. 314. — BODEMANN-KERL c. l. S. 373.

man durch ein hineingeworfenes Stückchen Kohle, nach PELIGOT und LEVOL[1]) besser durch verkohlte Wickenkerne, welche sich weniger leicht zertheilen; nach MAKINS[2]) soll aber die in Folge des Kohlenzusatzes reichlichere Entwicklung von salpetriger Säure zur Lösung von Gold beitragen.

Nach dem letzten Kochen giesst man die Säure ab, wäscht mittelst erwärmten destillirten Wassers die Röllchen 3mal ab, füllt dann den Kolben ganz mit Wasser, bedeckt seine Mündung mit einen kleinen, innen recht glatten porösen Thontiegel und kippt ersteren um (Taf. IV. Fig. 85), wobei die Goldröllchen langsam in den Tiegel gleiten. Man zieht den Kolben weg, giesst das Wasser, welches nicht mehr auf Silber reagiren darf, aus dem Tiegel ab und versetzt denselben allmälig in Weissglühhitze, wobei die anfangs matten glanzlosen bräunlichgelben Röllchen die Farbe und den Glanz des Goldes annehmen. Erhitzt man nicht stark genug, so ziehen die porösen Röllchen auf der Wage Feuchtigkeit an und das Resultat wird ungenau. Der Boden des Tiegels ist mit Rinnen versehen, in denen die Röllchen getrennt liegen müssen. Beim Auswägen prüft man die zusammengehörigen beiden Röllchen auf das übereinstimmende Gewicht und wiegt sie dann beide zusammen bis auf ganze Tausendtheile aus.

Durch Anstellung von Controllproben muss man sich von Zeit zu Zeit von der unveränderten Beschaffenheit der zur Anwendung kommenden Probirmaterialen (Capellen, Blei, Silber, Säuren) überzeugen, indem man mit einer Einwage von 500 Taus. chemisch reinem Golde[3]) sämmtliche oben genannten Operationen vornimmt.

Die sehr geringe Menge Silber, welche bei der beschriebenen Probe im Goldröllchen bleibt, compensirt erfahrungsmässig den geringen Antheil Gold, der mit in die Capelle gesogen wird und in Lösung geht. Bei sorgfältigem Verfahren wird hierdurch kein Fehler von $\frac{1}{4,000,000}$ Pfd. gemacht.

---

1) Polyt. Centr. 1857. S. 314.
2) B. u. h. Ztg. 1861. S. 407.
3) BODEMANN-KERL's Probirkunst. S. 130.

Durch Abziehen des Gewichtes des Goldröllchen und des etwa zugesetzten Silbers von dem abgetriebenen Korn ergibt sich der Silbergehalt aus früher angegebenen Gründen (S. 31) wegen Verflüchtigung und Capellenzuges etwas zu gering. Durch Gegenproben mit den der Hauptprobe entsprechenden Metallgehalten lässt sich der Silberverlust finden und der Hauptprobe zurechnen.

ialt an Pla-, Rhodium d Iridium.

Bei einem Platingehalt sind die abgetriebenen Körner schon bei einigen Tausendtheilen oberflächlich krystallinisch oder rauh, nicht abgegangen, plattgedrückt oder formlos ausgebreitet, während die Röllchen dann eine blasse und gelbgraue Farbe besitzen. Iridium und Rhodium, weniger leicht abzuscheiden, ertheilen den abgetriebenen Körnern und den Goldröllchen oberflächlich schwarze Flecken, mittelst der Loupe wahrzunehmen; zuweilen erscheinen sie sogar aufgeplatzt und lassen unter der Aufplatzung ein schwarzes Pulver erblicken. Von der Abscheidung dieser Körper aus dem Gold ist später die Rede.

ldhaltiges Silber.

2) Goldhaltiges Silber. Enthält die Legirung mehr als 3 Thle Ag auf 1 Thl. Au, so wird sie ($^1/_2$—1 Gramm), nachdem nöthigenfalls ein Kupfergehalt durch Abtreiben mit Blei beseitigt, in Rollenform direct mit verdünnter, dann, weil nach PETTENKOFER[1]) Silber hartnäckig zurückgehalten wird, noch ein- oder mehrmal mit concentrirter Salpetersäure behandelt, das Goldpulver mehrmals mit heissem Wasser ausgesüsst, dann wie die Röllchen in einen Thontiegel entleert, geglüht und gewogen, oder zuvor in Bleiblech eingehüllt und zu einem Korn abgetrieben. Bei einem Verhältniss von 1 Au : 8 Ag und darüber genügt ein einmaliges Kochen mit verdünnter und ein einmaliges Kochen mit concentrirter Säure; bei weniger Silber muss einmal mit verdünnter und zweimal mit starker Säure gekocht werden. Bei einem Verhältniss von 1 Au : 4 Ag erfolgt schon pulverförmiges Gold.

Lässt sich bei sehr geringem Goldgehalte die Silberlösung wegen der feinen Zertheilung des Goldes nur schwierig abgiessen, so wendet man zum bessern Flocken oder Ver-

---

1) Bgwfd. XII, 6.

einigen der Goldtheilchen statt der verdünnten Salpetersäure eine solche an, welche schon Silber aufgelöst enthält. UNGERER[1]) empfiehlt, zur Vermeidung von Verlusten, das Goldpulver nach dem Abgiessen des Wassers in einem Tropfen Quecksilber zu sammeln, das Amalgam auf einer Kohle oder Capelle vorsichtig zu verdampfen und dann das Gold zu einem Korne zusammenzuschmelzen. — Enthält die Silberlegirung weniger als 75% Ag, so kann man sie mit dem 3fachen Blei in einem Porzellantiegel zusammenschmelzen und den König direct mit Salpetersäure[2]) behandeln, wobei Gold zurückbleibt.

Goldh. Wismuth u. Blei.

3) Goldhaltiges Wismuth und Blei werden entweder direct abgetrieben oder bei sehr geringem Goldgehalt zuvor verschlackt.

Goldh. Zinn.

4) Goldhaltiges Zinn wird unter der Muffel oxydirt, mit 16 Theilen Kornblei und 4 Theilen Borax angesotten und abgetrieben.

Goldh. Eisen.

5) Goldhaltiges Eisen, Roheisen und Stahl wird mit Salpetersäure oxydirt, die entstandene Flüssigkeit zur Trockne gedampft und die trockne Masse mit 8—12 Theilen Kornblei, 2—3 Theilen Borax und 1 Theil Glaspulver verschlackt.

Goldh. Quecksilber.

6) Goldhaltiges Quecksilber wird bei ganz allmälig steigender Temperatur mit 8 Theilen Kornblei angesotten.

Goldh. Kupfer.

7) Goldhaltiges Kupfer wird mit 16—18 Theilen Kornblei angesotten. Wenn die Menge des Kupfers wenigstens 1½ Theil auf 1 Theil Gold beträgt, so lässt sich die Legirung direct mit Salpetersäure untersuchen.

Platinh. Gold.

8) Platinhaltiges Gold (S. 334). Bei einem geringen Gehalt an Platin löst sich dasselbe mit dem Silber in Salpetersäure auf; bei grösserer Menge muss die Legirung zu verschiedenen Malen, bis das Röllchen keine ungewöhnliche Gewichtsabnahme mehr zeigt, mit 3—4 Theilen Silber beschickt und wie eine Goldprobe behandelt werden. Man kann, nachdem das Silber durch Salzsäure ausgeschieden, die rückständige Flüssigkeit im Wasserbade zur Trockne

---

1) DINGL. Bd. 143. S. 464.

2) BOLLEY, Handb. d. techn.-chem. Untersuchungen. 1853. S. 203.

dampfen, den Rückstand mit Weingeist behandeln und aus der Lösung das Platin durch Salmiak fällen.[1])

Die Platinsilberlösung ist wasserhell; nur bei einem geringen Palladiumgehalt ist sie gelb oder in dem Falle braun, dass in übermässiger Silberlösung das Gold zerfällt, wo dann etwas Gold und ein nicht auflöslicher Theil des Platins in der Flüssigkeit suspendirt bleiben. Durch verminderte Silberbeschickung oder einen Zusatz von chemisch reinem Gold muss das Zerfallen der Platingoldprobe verhütet werden. Auch ist ein solcher Zusatz von Gold und Silber dann nöthig, wenn wegen zu hohen Platingehaltes die aus Platin, Gold und Silber bestehenden Röllchen von Salpetersäure nicht angegriffen werden.

Noch andere Scheidungsmethoden für platinhaltiges Gold sind folgende: Auflösen in Königswasser, Zusatz von absolutem Alkohol, Fällen des Platins durch Chlorkalium, dann des Goldes durch Kleesäure oder umgekehrt[2]); — nach d'ARCET kocht man zwei mit dem nöthigen Silber beschickte Proben, die eine mit Salpetersäure und die andere mit Schwefelsäure, was dann die letztere mehr wiegt, als erstere, ist Platin.

Gold mit Rhodium und Iridium.

9) Rhodium und Iridium enthaltendes Gold. Man löst in Königswasser, wobei sich die genannten Metalle nicht lösen, filtrirt und fällt das Gold aus dem Filtrat durch Eisenvitriollösung. — Rhodium soll sich auch dadurch entfernen lassen, dass man die Legirung mit 3—4 Thln. Silber zusammenschmilzt, mit Salpetersäure scheidet und aus dem zurückbleibenden rhodiumhaltigen Gold durch Schmelzen mit saurem schwefelsauren Natron das Rhodium löslich macht. Nöthigenfalls muss die Operation wiederholt werden.

Arsenh. Gold.

10) Arsen- und antimonhaltiges Gold wird nach ELSNER[3]) in Königswasser gelöst und nach Entfernung der freien Säure alle drei Metalle in pulverigem Zustande durch Zink ausgefällt. Beim Behandeln des getrockneten Metallpulvers mit Chlor werden Antimon und Arsen verflüchtigt und Gold bleibt zurück.

1) Bgwfd. XII, 39.
2) DINGL., Bd. 83, Hft. 3.
3) B. u. h. Ztg. 1845. S. 1128.

II. Plattner's Löthrohrproben.[1])

A. Goldhaltige Substanzen, welche keine Legirungen sind.

Proben f. Erze etc.

Golderze

a) Eigentliche Golderze mit einem unmerklichen Silbergehalt werden wie eine Silberprobe (S. 26) behandelt und das erhaltene Korn je nach seiner Farbe direct verwogen oder gemessen oder zur Abscheidung des Silbers noch mit Salpetersäure erhitzt.

Goldhalt. Silbererze

b) Goldhaltige Silbererze und Hüttenproducte, welche mehr Silber als Gold enthalten, werden, nachdem eine vorläufige Bestimmung des Silbergehaltes stattgefunden hat, in Quantitäten von 10—24 Ctr. abgewogen, wenn z. B. der Silbergehalt 8—4 Loth im Centner beträgt. Bei einigen Procenten Silbergehalt wiegt man nur 3—5 Ctr. ab. Jede einzelne Probe wird mit Probirblei und Borax angesotten (S. 27), das zu Würfeln geschlagene Blei von 2 oder 3 Proben (nicht über 15 Löthrohrprobircentner) auf einer Capelle concentrirt, bis zuletzt ein Werkbleikorn erfolgt, welches fein getrieben wird. Das dabei erfolgende Silberkorn wird gewogen und weiter geschieden.

Kiesige E.

c) Silberarme sehr kiesige Erze und Hüttenproducte (Rohstein, Bleistein) werden, wenn sie nicht unter 4 Loth Silber im Centner enthalten, je nach ihrer Reichhaltigkeit 8—12fach in Posten von 3 Ctr. abgewogen und ohne Kohlenzusatz wie eine Bleiprobe (Bd. II. S. 24) abgeröstet. Enthalten sie weniger Silber, so wird eine noch grössere Quantität (50—200 Grm.) auf einer weniger feinen Wage abgewogen und diese auf einem mit Thonwasser einige Male überstrichenen Eisenblech über Kohlenfeuer todt geröstet. Das Röstgut wird zur Ausziehung der fremden Metalloxyde in einem Porzellanschälchen anhaltend mit Salpetersäure digerirt, das Ganze zur Trockne gedampft und wieder mit Wasser behandelt, wobei sich die löslichen Theile von den unlöslichen trennen. Enthielt das Röstgut höher oxydirte Me-

---

1) PLATTNER, Probirkunst mit dem Löthrohre. 1853. S. 566.

talle, z. B. Manganoxyduloxyd, so ist auch Gold in Lösung gegangen und muss zur Ausfällung desselben Eisenvitriol zugethan werden. Der filtrirte Rückstand wird getrocknet, auf jeden Centner mit 5 Ctr. Probirblei und 1 Löffel voll Borax angesotten und das erfolgende Blei in zwei Perioden abgetrieben.

Bei sehr armen Erzen scheidet man nach einer gewöhnlichen docimastischen Methode (S. 325) das silberhaltige Gold aus 20—30 Probircentnern ab, trennt darauf das Gold mittelst Salpetersäure und bestimmt das Gewicht des Goldes auf einem Massstabe.

...sige Erze. d) Arme Erze etc. von kiesiger Beschaffenheit werden in Quantitäten von 50—200 Grm., wie oben angegeben, auf einem Eisenblech sorgfältig abgeröstet und in angefeuchtetem Zustande mit salzsäurefreiem Chlorgas behandelt. Die dadurch gebildeten Chloride und auch das Goldchlorid werden mit heissem Wasser ausgelaugt, die erhaltene Flüssigkeit mit Salzsäure und zur Ausfällung des Goldes im metallischen Zustande mit einer Eisenvitriollösung versetzt und einige Zeit warm gestellt. Das ausgeschiedene Gold wird auf einem Filter ausgewaschen, das getrocknete Filter verbrannt, der Rückstand mit 1—2 Löthrohrprobircentnern Probirblei und etwas Borax angesotten und das erfolgende Bleikorn abgetrieben. Das Goldkorn wird entweder gewogen oder mittelst eines Massstabes gemessen.

B. Goldhaltige Legirungen.

...old-Silber. 1) Gold und Silber. Die Scheidung geschieht durch Salpetersäure; dieselbe gelingt aber nur vollständig, wenn die Legirung wenigstens dreimal soviel Silber als Gold enthält. Das aus aufbereiteten Erzen, Kiesen, steinigen Hüttenproducten etc. ausgebrachte güldige Silber pflegt lange nicht den vierten Theil Gold zu enthalten und kann direct in die Scheidung genommen werden, dagegen müssen die aus reicheren Golderzen erhaltenen Metallgemische mit feinem Silber zusammengeschmolzen werden. Zeigt die Legirung eine messinggelbe Farbe, so schmilzt man 20 Milligrm. davon mit 60 Milligrm. Silber neben ein wenig Boraxglas auf Kohle zusammen, indem man die Reductionsflamme auf die Borax-

perle wirken lässt und das Metallgemisch längere Zeit flüssig erhält. Bei sehr lichtmessinggelber Farbe nimmt man auf 50 Milligrm. Probe 100 Milligrm. Silber und bei ganz silberweisser Farbe auf 100 Milligrm. Probe 60—80 Milligrm. Silber.

Die gewogene Legirung wird ausgeplattet, zu einem Röllchen gebogen und in einem Porzellanschälchen bei aufgelegtem Uhrglase ein- oder zweimal mit chemisch reiner, mässig starker Salpetersäure erhitzt. Das zurückbleibende, gehörig ausgesüsste Gold wird im Platinlöffel geglüht und gewogen oder, wenn sehr wenig davon vorhanden ist, mit 1 Ctr. Probirblei und etwas Borax im Sodapapiercylinder angesotten, abgetrieben und das erfolgende Goldkörnchen auf einem Massstabe gemessen und dann sein Gewicht berechnet.

Gold, Silb u. Kupfe

2) Gold, Silber, Kupfer. 30—50 Milligrm. werden je nach dem Kupfergehalt mit 4—8 Ctr. Probirblei auf Kohle mit Borax zusammengeschmolzen, das erhaltene Blei abgetrieben und der Kupfergehalt durch die Differenz gefunden. Gold und Silber werden, wie oben angegeben, geschieden.

Gold, Silb Platin, Kup

3) Gold, Silber, Platin, Kupfer. Das Kupfer wird, wie eben angeführt, durch Abtreiben von 30—50 Milligrm. Legirung mit Blei entfernt und das erfolgende gewogene Korn — nachdem dasselbe nöthigen Falls mit Silber oder Gold neben Borax auf Kohle in dem Verhältniss zusammengeschmolzen ist, dass auf 1 Theil Gold und Platin $1^1/_4$—2 Theile Silber kommen, — im ausgeplatteten Zustande mit kochender concentrirter Schwefelsäure behandelt, wobei sich das Silber auflöst. Den Rückstand, Gold und Platin, schmilzt man mit 3 Theilen reinem Silber neben Borax auf Kohle zusammen, plattet das erhaltene Metallkorn dünn aus und behandelt dasselbe einige Mal mit kochender Schwefelsäure, wobei sich Platin und Silber auflösen. Sollte das zurückbleibende Gold nicht die reine Goldfarbe zeigen, so wird dasselbe abermals mit 3 Theilen Silber beschickt und mit Schwefelsäure gekocht.

Pallad-Go

4) Palladium und Gold werden ebenso wie Platin und Gold geschieden.

-Gold. 5) Iridium und Gold. Man behandelt die Legirung mit Königswasser, wobei ersteres Metall ungelöst zurückbleibt; aus der Lösung wird Gold durch Eisenvitriol oder Antimonchlorür gefällt.

, Platin, d., Rhod. 6) Gold, Platin, Palladium, Rhodium. 30—50 Milligrm. Legirung werden neben Boraxglas mit 3 Theilen Silber auf Kohle geschmolzen, das ausgeplattete Korn mit Salpetersäure behandelt, wobei sich Silber, Palladium und Platin auflösen und rhodiumhaltiges Gold in schwammigem Zustande zurückbleibt. Dieses wird nach gehörigem Aussüssen etc. mit dem doppelten Gewicht sauren schwefelsauren Natron im Platinlöffel zusammengeschmolzen, wobei sich Rhodium unter Entwicklung von schwefliger Säure löst. Hört die Gasentwicklung auf und fliesst die Masse ruhig, so giesst man sie vom Golde ab und wiederholt die Schmelzung mit dem Natronsalz, bis dessen anfangs dunkelrothe bis schwarze Farbe noch wenig gelblich erscheint. Das zurückbleibende Gold wird mit destillirtem Wasser ausgekocht, geglüht und gewogen.

ımalgam. 7) Gold und Quecksilber. 50 Milligrm. werden wie Silberamalgam (S. 9) behandelt.

vahl der thoden. §. 96. Goldgewinnungsmethoden. Die Auswahl der Zugutemachungsmethoden für Erze und Producte, aus denen zunächst immer erst silberhaltiges Gold oder goldhaltiges Kupfer gewonnen wird, hängt hauptsächlich von der Art des Goldvorkommens (ob gediegen oder vererzt, mit erdigen oder geschwefelten Substanzen etc.), von dem Goldgehalt, den Materialpreisen und überhaupt localen Verhältnissen ab.

Danach sind die Prozesse bald rein mechanischer, bald rein chemischer Natur, bald beide Arten combinirt, wie nachstehende Uebersicht zeigt:

wasch-ozess. 1) Verwaschungsprozess. Dieses ist der einfachste und billigste Prozess, wenn das Gold in mehr oder weniger derben Partien oder deutlichen Körnern im Seifengebirge (Goldsand) oder in erdigen Berggolderzen (am besten in feinkörnigen, nicht thonigen und kalkigen Gesteinen) vorkommt. Weniger geeignet dafür ist ein solcher Zustand, wo das Gold sehr fein zertheilt oder in dünnen, vom Wasser leicht

fortzutragenden Blättchen, wie sie z. B. beim Mahlen von goldhaltigem Quarz leicht entstehen, oder in anderen Schwefelmetallen sich befindet. Gar nicht anwendbar ist dieses Verfahren, wenn das Gold in Schwefelmetallen vererzt vorkommt, wo diese dann behuf Blosslegung des Goldes zuvor einer Verwitterung, Röstung oder Behandlung mit chemischen Agentien bedürfen. Von den Goldverlusten beim Rösten war bereits (I. 97) die Rede.

Die Waschprozesse lassen aber überall nur ein unvollständiges Goldausbringen zu, weil dabei sowohl diejenigen Goldtheilchen verloren gehen, welche noch in den festen Sand- und Thonpartikeln enthalten sind, als auch jene, welche wegen ihrer Zartheit vom Wasser mit fortgerissen werden. Das ausgewaschene Gold enthält immer noch Körner von den specifisch schweren Beimengungen (Magneteisenstein, Titaneisen etc.) und muss davon durch Schmelzen mit Solvirungsmitteln (Potasche, Borax, Salpeter) befreit werden Da die Grundbedingung einer vollkommenen Aufbereitung, Herstellung gleicher Korngrösse[1]) zwischen Gold und Beimengungen, bei dem verschiedenartigen Vorkommen des ersteren selten zu erreichen ist, so lässt der Prozess auch bei Anwendung vollkommenerer Maschinen zu wünschen übrig. Die Goldverluste können 30—50% und mehr betragen; sie steigen unter gleichen Umständen mit dem Reicherwerden der Geschicke, nehmen aber um so mehr ab, ein je gleicheres Korn das Gut hat und über eine je längere Waschfläche dasselbe geführt wird.

Windseparation.

Auch ist von SEYMOOR[2]) eine Windseparation versucht worden.

Amalgamation.

2) Amalgamation. Dieser Prozess, meist vortheilhafter als der vorige, gewährt das beste Ausbringen bei geringeren Quecksilberverlusten, wenn die Erze etc. nur gediegenes und kein vererztes Gold enthalten, frei von Blei und Wismuth sind und bei hinreichend feiner Zertheilung länger mit einer grösseren Menge Quecksilber in Berührung bleiben. Wenngleich Letzeres sich in rotirenden Fässern

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 267.
2) B. u. h. Ztg. 1855. S. 381.

(Fässeramalgamation) am einfachsten erreichen lässt, so tritt dabei jedoch meist der Uebelstand ein, dass sich ein grosser Theil des Quecksilbers zerschlägt, zu feinen Kügelchen zerstäubt, in welchem Zustande dessen Verwandtschaft zum Golde sehr geschwächt wird. Man bedient sich deshalb zur Goldamalgamation seltener der Fässeramalgamation[1]), als der Goldmühlen[2]) (I. 505), wobei zwar das Gold in innigere Berührung mit zusammenhängendem Quecksilber kommt, aber meist nicht hinreichend lange Zeit, ausserdem bei der Verbindung des Zerreibungs- und Amalgamationsvorganges in ein und demselben Gefäss die Goldtheilchen weniger blossgelegt werden, als bei einer separaten Zerkleinerung, welche zweckmässig und an vielen Orten mit einem Waschprozess vor der Amalgamation verbunden werden kann.

MITCHELL[3]), BECQUERELL[4]) u. A. haben vollkommnere Apparate vorgeschlagen. URBAS[5]) empfiehlt hydraulischen Druck beim Amalgamiren, WICKOFF[6]) ein Kochen des feingepochten Erzes mit dem halben Gewicht Quecksilber unter Wasser.

Kiesige Erze, welche das Gold vererzt enthalten, bedürfen zur Blosslegung desselben vor der Amalgamation einer Verwitterung, einer Röstung oder eines Zusatzes von chemischen Agentien[7]) in die Amalgamirmühlen (HATSCH-Prozess zur gleichzeitigen Gewinnung von Gold und Silber in Californien.)

Mühlgoldgewinnung. Enthalten die Erze freies und vererztes Gold, so zieht man ersteres wohl durch Amalgamation (Mühlgold) und letzteres durch die später zu erwähnende Verbleiung (Brandgold) aus, indem man einen Waschprozess in der Weise einschaltet, dass die Erze erst verwaschen und dann amal-

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 266, 268. — Berggeist 1861. Nr. 36.
2) SAAROSY, über zweckmässige Construction der Goldmühlen: Oestr. Ztschr. 1861. Nr. 41.
3) B. u. h. Ztg. 1859. S. 283; 1862. S. 391.
4) Bgwfd. V, 52.
5) Oestr. Ztschr. 1854. S. 79.
6) Polyt. Centr. 1858. Nr. 16.
7) B. u. h. Ztg. 1862. S. 83, 138. — Berggeist 1861. Nr. 36.

mirt werden (Salzburg, Ungarn, Siebenbürgen)
er nach der Zerkleinerung erst amalgamirt und dann ver-
ischen (Tyrol).

Silber lässt sich nur dann gleichzeitig mit ausziehen, nn dasselbe gediegen vorkommt oder, wie bei dem obigen tsch-Prozess, durch chemische Agentien frei gemacht rd; zuweilen fügt man beim Zerkleinern gold- und silber-ltiger Erze zur Ausziehung des Goldgehaltes Quecksilber und unterwirft das entgoldete Material der amerikanischen lbererz-Amalgamation (S. 256). Wie bereits (S. 228) be-erkt, ist das Ausbringen an Gold aus güldischen Silber-zen bei der europäischen und amerikanischen Amalgamation r unvollständig (vgl. Arany-Idka, S. 242), wird aber um vollständiger, je mehr Silber das Freigold enthält.[1]

Gold- und Silbererze.

3) Schmelzprozesse. Diese bestehen seltener darin, ss man erdige, eisenhaltige Golderze auf goldhaltiges Roh-sen verschmilzt und daraus das Gold auf nassem Wege heidet (Anossow's Verfahren), als dass man gold- und berhaltigen geschwefelten Erzen und Producten durch hmelzen mit bleiischen Producten ihren Gold- und Silber-halt entzieht, nachdem wohl ein Theil des freien Goldes vor durch Amalgamation extrahirt worden, dann das silber-d goldhaltige Blei abtreibt, das erfolgende Blicksilber fein-ennt und aus dem Brandsilber das Gold auf nassem Wege scheidet.

Schmelzproz.

Balback[2]) empfiehlt, das silber- und goldhaltige Blei einem Flammofen mit Zink zusammenzuschmelzen, wel-es Gold und Silber aufnimmt, und dann das Blei von der old-, Silber-, Zink-Legirung abzusaigern.

Wenngleich das Blei ein ausgezeichnetes Extractions-ittel sowohl für freies, als für vererztes Gold ist, so erfolgt och der Schmelzprozess zu rasch, als dass eine vollständige ntgoldung stattfinden und die Schlacke hinreichend frei on Gold sein sollte; der Prozess muss deshalb mit den llenden Zwischenproducten mehrmals wiederholt werden nd ist dann wegen des Metall-, namentlich des Bleiver-

---

1) B. u. h. Ztg. 1861. S. 208.
2) B. u. h. Ztg. 1864. S. 392.

lustes, des Brennmaterialaufwands und der Arbeitslöhne sehr kostspielig.

Eigentliche Golderze lassen sich nach KARSTEN [1]) bei einem Goldgehalt von $^{1}/_{18}$ Lth. im Centner = 0,0024 % selbst dann, wenn man gar keine Gewinnungskosten für das Erz zu berechnen hat und dasselbe mit noch geringeren Kosten, als das 5—6mal ärmere Gold führende Seifengebirge zu erhalten ist, mit Vortheil nicht mehr verbleien, insofern es die Beschaffenheit des Erzes nicht zulässt, den Goldgehalt durch Aufbereitung zu concentriren. Bei noch ärmeren Erzen (z. B. mit 0,001—0,002 % etc.), welche beim directen Verbleien ein zu goldarmes Werkblei geben würden, muss zuvor eine Concentration des Goldes durch Zusammenschmelzen mit Schwefelkies (güldische Roharbeit) stattfinden, wobei aber, weil das Gold theilweise mechanisch und nicht, wie das Silber, nur in chemischer Verbindung in den entstehenden Lech geht, ein grosser Goldverlust in den Schlacken eintritt und zwar um so mehr, je strengflüssiger dieselben sind. Es scheint jedoch ein Theil des Goldes chemisch, an Schwefel- and Antimonsilber gebunden, im Lech vorhanden zu sein, welches erst beim Rösten frei wird.[2]) Bei einem Goldgehalt solcher Schlacken von 0,0005 % sind sie reicher, als manches durch Verwaschen oder Amalgamation noch mit Vortheil zu entgoldende Material. So lässt sich z. B. aus abyssinischem Goldsand mit 0,000434 % Au noch mit Vortheil trotz bedeutender Verluste Gold auswaschen. Ein Silbergehalt der Erze hat bei der Anreicherung des Goldes im Rohstein keinen wesentlichen Einfluss.

Güldische Roharbeit.

Enthalten arme Golderze noch andere nutzbare Metalle, z. B. Silber und Kupfer, deren Ausziehung lohnt, so sammelt sich selbst ein sehr geringer Goldgehalt, auf dessen Gewinnung während des ganzen Schmelzprozesses keine besondere Rücksicht genommen wird, häufig in solcher Menge im Brandsilber oder Schwarzkupfer an, dass derselbe scheidewürdig ist. So wird z. B. Gold durch Verbleiung gewonnen

Gold, Silber und Kupfer enthaltende Erze.

1) KARSTEN's Metallurgie. IV, 654.
2) Oestr. Ztschr. 1857. S. 331.

den Altaischen Erzen mit 1⅓ Lth. Silber im Ctr. l 0,000781% Au, aus Kremnitzer Erzen mit 0,0005% Au rohen und 0,0015% im aufbereiteten Zustande, aus Nager Erzen mit 0,00088—0,0048%. Die Unterharzer e enthalten nur $\frac{1}{6,573,200}$ Gold.

Goldhaltige Bleierze.

Beim Verschmelzen goldarmer Bleierze in Flammöfen [1]) mmelt sich das meiste Gold in dem Blei vom ersten Abhe an und es kann die Goldgewinnung daraus zuweilen itabel sein.

Auflösungs- u. Fällungsproz.

4) Goldgewinnung durch Auflösung und Fällg. Die hierher gehörigen Methoden kommen zur Anndung, wenn wegen zu geringen Goldgehaltes oder Verung des Goldes die vorhergehenden Prozesse nicht mehr erwünschten Resultaten führen (PLATTNER's Methode) ar neben einem Goldgehalt auch ein Silbergehalt gewonnen rden soll (Methode von KISS, RÖSZNER, PATERA, Schwesäurelaugerei). Es gehören hierher: PLATTNER's ilorationsprozess für goldarme Arsen- und Schwekiese, Rohsteine etc.; KISS' Verfahren (S. 299) für ldhaltige Silbererze etc. und die Schwefelsäurelaugerei . 304) für güldische Rohsteine, Kupfersteine und Schwarzpfer, letztere beiden Methoden zur gleichzeitigen Gennung von Silber und Gold geeignet. Von diesen thoden haben die erstere und die letztere bereits e mehrfache Anwendung gefunden, während das Kiss'sche rfahren hinsichtlich des Metallausbringens noch zu nschen übrig lässt und mit der Chlorationsmethode von SZNER und PATERA (S. 262), deren Erfolge in der Praxis ch weiter abzuwarten, in Concurrenz getreten ist.

Auch ist ein Auflösen des goldhaltigen Quarzes in ilauge oder Soda vorgeschlagen worden.[2]) Seltener rd das Gold durch Königswasser ausgezogen.

Güldische Silbererze.

Von allen Mitteln, Gold und Silber aus Erzen etc. ichzeitig zu gewinnen, ist das Blei das wirksamste, damit d aber die S. 343 beregten Uebelstände verbunden. Zur Auf-

---

[1]) B. u. h. Ztg. 1860. S. 360.

[2]) B. u. h. Ztg. 1859. S. 214; 1861. S. 440.

lösung beider Metalle kannte man zeither kein wirklich gemeinschaftliches Lösungsmittel, was zur Folge hatte, dass beide Metalle nach einander, getrennt, extrahirt werden mussten, was zu complicirten Prozessen führte. Neuerdings ist von PATERA[1]) mit Chlorgas gesättigte concentrirte Kochsalzlösung als ein gemeinschaftliches Lösungsmittel beider Metalle sowohl in Legirungen, als in Erzen erkannt. Ein ähnliches Verfahren ist von RÖSZNER[2]) angegeben, welcher aber erst nach AUGUSTIN's Verfahren mit heisser Kochsalzlösung das meiste Chorsilber auslaugt, dann den Rest des Silbers und das Gold durch abwechselnde Anwendung von kalter chlorhaltiger Kochsalzlösung und heisser Kochsalzlösung auszieht.

Goldgewinnungsmethoden. Die Goldgewinnungsmethoden lassen sich wie folgt classificiren:

I. Abtheilung. Darstellung von silberhaltigem Gold.

I. Abschnitt. Gewinnung des Goldes aus Goldsand.

1. Kapitel. Durch blosses Verwaschen mittelst Menschenkräfte oder mittelst Maschinen. Amerika, Südaustralien, China, Russland, Rhein etc.
2. Kapitel. Durch Verwaschen und Amalgamiren in Schalen, Trögen oder Mörsern. Ungarn, Siebenbürgen, Croatien, Banat, Russland, Portugal, Brasilien, Tibet etc.
3. Kapitel. Durch Verschmelzen in Hohöfen auf goldhaltiges Roheisen und Abscheidung des Goldgehaltes mittelst Säuren. Sibirien.

II Abschnitt. Gewinnung des Goldes aus erdigen Bergerzen.

1. Kapitel. Goldhaltige Quarze werden durch Poch- oder Quetschwerke zerkleint, verwaschen und amalgamirt. Mexico, Californien, Brasilien, Siebenbürgen etc.
2. Kapitel. Güldische Dürrerze werden mit Schwefelkies zusammengeschmolzen (Güldische Roharbeit) und aus

---

1) Oestr. Ztschr. 1863. S. 165, 243.
2) Oestr. Ztschr. 1863. S. 193, 211, 220, 316.

dem dabei entstehenden goldhaltigen Steine das Gold durch Blei ausgezogen. Siebenbürgen.

Abschnitt. Gewinnung des Goldes aus geschwefelten Bergerzen.

Kapitel. Durch Verwitternlassen und Waschen der Schwefelkiese. Marmato.

Kapitel. Durch Waschen und Amalgamiren. Tyrol, Salzburg, Schemnitz.

Kapitel. Durch Verbleien güldischer Kupfer-, Silber- und Bleierze. Ungarn, Unterharz, Siebenbürgen, Lend.

. Kapitel. Durch Auflösung und Fällung. Mittelst PLATTNER's Chlorgasextraction (Reichenstein, Schemnitz), mittelst Chloration und gleichzeitiger Extraction von Gold und Silber nach den Methoden von KISS (Arany-Idka), PATERA und RÖSZNER (Arany-Idka), mittelst Schwefelsäurelaugerei (Chessy, Freiberg, Colorado).

II. Abtheilung. Scheidung des Goldes vom Silber.

Abschnitt. Auf trocknem Wege.

. Kapitel. Durch Grauspiessglanz (durch Guss und Fluss).

. Kapitel. Durch Cementation mittelst chlorhaltiger Cementirpulver.

Abschnitt. Auf nassem Wege.

. Kapitel. Mittelst Salpetersäure (Quartation). Aelteres Verfahren am Unterharz, zu Kremnitz etc.

. Kapitel. Mittelst Schwefelsäure.

1) In Gefässen von Platin. Münze zu München etc.

2) In Gefässen von Gusseisen. Petersburg, Kremnitz, Wien, München, Paris, Hamburg, Frankfurt, Augsburg etc.

3) In Gefässen von Porzellan. Unterharz.

. Kapitel. Mittelst Königswassers und Ausfällens des aufgelösten Goldes durch Eisenvitriol, Oxalsäure, Ameisensäure, Antimon- oder Arsenchlorür, Schwefelwasserstoff etc.

I. Abtheilung. Scheidung des Goldes von Kupfer.

I. Abschnitt. Durch Zusammenschmelzen mit Saigern.
II. Abschnitt. Durch Abtreiben mit Blei.
III. Abschnitt. Durch Behandeln mit kochende trirter (Septèmes) oder heisser verdünnter säure (Oker).
IV. Abschnitt. Durch Chlorgas nach PLATTNER's (Swansea).

Werth des Goldes.

In den Jahren 1821—1858 schwankte das V des Goldwerthes zu andern Metallen[1]), das Gold a angenommen, bei Silber zwischen 15.25—15.83, b zwischen 1075—1566, bei Zinn zwischen 908—] Blei zwischen 5256—8194, bei Zink zwischen 47 und bei Stabeisen zwischen 12,259—20,767.

1 englische Unze Gold[2]) wird gewöhnlich Sterl. angenommen und reines Gold gilt per Ur mehr, als 4½ Pfd. Sterl. (30 Thlr.). Die Unze lisches Gold[3]) wird auf 3 Pfd. 18 Schill. 4 Pence und 1 Unze californischer Goldstaub[4]) hat ein von 18 Dollar 20 Cents bei 2,1% Schmelzverlust Taus. Feingehalt, dagegen 15 Dollar 70 Cents V 12,2% Schmelzverlust und 866 Taus. Feingehalt. Gold ist etwa 450 Thlr. werth.

Goldproduct.

Die Goldproduction[5]) hat im Mittel der letzt jährlich an 506,800 Zollpfd. à 450 Thlr. = 228,06(im Werth betragen. WHITNEY[6]) schätzte den V Goldproduction der Erde im Jahre 1854 auf 119,523,(

---

1) KRAUS' Oestr. Jahrb. 1848. S. 57. Oestr. Ztschr. 18 Berggeist 1859. Nr. 100. B. u. h. Ztg. 1860. S. 283; Schles. Wochenschr. 1861. Nr. 5. Bgwfd. I, 384 XVIII, 655.

2) 1 engl. Tonne (avoir du poids) = 32666,6 engl. Un: 1 engl. Unze = 1,866 Neuloth preuss. = 0,0622 Zollj nyweight = $^1/_{20}$ Unze. 1 Pfd. Sterl. = 6 Thlr. 22 G = 1,264 Thlr.

3) B. u. h. Ztg. 1852. S. 224

4) Bgwfd. XV, 46.

5) B. u. h. Ztg. 1859. S. 100, 327; 1860. S. 92, 456, 487 S. 7; 1862. S. 327; 1864. S. 265, 311. — DINGL., Bd.

6) WAGNER's Jahresber. 1858. S. 65.

I. Abtheilung.

Darstellung von silberhaltigem Gold.

ERSTER ABSCHNITT.

Gewinnung des Goldes aus Goldsand.

Bearbeitungswürdigkeit des Goldsandes.

§. 97. Allgemeines. Das meiste im Verkehr circulirende Gold wird aus Goldsand oder verwitterten goldhaltigen Felsarten, die sich über bedeutende Strecken hin ausbreiten, gewonnen. Bis zu welchem Goldgehalte ein solcher Sand noch bearbeitungswürdig ist, lässt sich im Allgemeinen nicht bestimmen, sondern ist an verschiedenen Gewinnungsorten Erfahrungssache.

Der Goldsand des Urals, der eine sehr ansehnliche Production zur Folge hat, enthält durchschnittlich nur 0,000005 Gold und ist noch bei 0,000001 Goldgehalt nutzbar. Der bearbeitungswürdige Rheinsand hält durchschnittlich 0,000000 32 Gold, der Sand in Sibirien gibt 5mal und der in Chili 10mal mehr Gold als der reichste Rheinsand. Der ärmste noch waschfähige Rheinsand hält 0,00000012 Gold, bei 0,000000008 ist er nicht mehr bearbeitungswürdig. In Sibirien wird der Sand mit 0,000001 Goldgehalt nicht mehr für bearbeitungswürdig gehalten, obgleich er 7½mal reicher ist, als derjenige, welchen die Goldwäscher am Rheine gewöhnlich behandeln.[1]) Nach v. Dechen[2]) hält die goldhaltige Schicht im Rheinsand durchschnittlich 14 Millionstel Gold. Die jährliche Ausbeute im Badenschen war 1813 am niedrigsten mit 2450 Fl., 1831 am höchsten mit 18,500 Fl.; im Jahre 1856 betrug sie 3945 Fl. Nach Daubrée hält 1 Kbkfss. Sand zwischen Basel und Mannheim $^1/_{150}$—½ Gramm Gold.

Im Jahre 1836 wurden aus 100 Ctr. sibirischem

---

1) Bgwfd. XI, 43, 307, 713.
2) v. Dechen, Statistik des zollver. Deutschl. I, 758.

Goldsand 0,77—2,30 Loth und im Jahre 1849 aus 100 (
californischem Sande 5 Loth Gold ausgewaschen. \
1819—1850 sind am Ural und in Sibirien 19,373 l
= 675,055 Berlin. Pfd. Gold à 438 Thlr. aus 7,439,232,
Pud Goldsand (mit 1 Loth Gold im Ctr.) gewonnen.
Jahre 1858 erfolgten aus 100 Ctr. sibirischem Sand du
schnittlich 1,14 Pfdthl. Gold und im Jahre 1862 in Ost-
Westsibirien und im europäischen Russland
836,361,925 Pud Goldsand 1171 Pud 16 Pfd. 10 Sol
69 Doli Gold.

Nach v. COTTA [1]) enthalten 1000 Ctr. Golderze in Sa
burg und Tyrol (goldhaltiger Quarz mit Kiesen) für
Thlr., am Monte Rosa (Goldkiese) für 533—22666 Tl
am Ural (Goldsand) für 20000 Thlr. und in Californ
(Goldsand) für 200000—260000 Thlr. Gold.

Der Gehalt an chemisch reinem Golde variirt im si
rischen Waschgolde (I. 703) zwischen 84—94%, im Wa
golde von Borneo zwischen 82,9—93,7%, im calif
nischen Waschgolde zwischen 89,2—89,7%.[2]) Rheing
enthält 93,4 Au, 6,531 Ag, 0,069 Pt; Gold vom Altai 8(
Au und 12,69 Ag, von Nertschinsk 93,25 Au und
Ag. — Gold aus der Gongo-Soco-Grube in Brasil
enthält 84 Au, 4,5 Ag, 3.1 Pd, 2,6 Pt, Spur Ir; von T
gier in Nova Scotia: 98,13 Au, 1,76 Ag, 0,05 Cu, Spur

1) Geolog. Briefe aus den Alpen. Leipzig 1850. S. 155. — Bg
XIII. 575.

2) Goldanalysen: BERTHIER, mét. analyt. Chem. nach KERSTEN
789. — PISANI, Bd 112. S. 116. — ERDM. J. f. pr. Ch. XLVI.
XLIX. 171. — LIEBIG's Jahresbericht.

Erstes Kapitel.

Gewinnung des Goldes durch Verwaschen von Goldsand.

Waschmethoden.

§. 98. Allgemeines. Das Verwaschen des Goldsandes schieht entweder mit der Hand in Kürbisschalen [1]) oder hölzernen Schüsseln (batea) und Trögen, oder man tet den Sand mittelst eines Wasserstromes über Felle [2]), rischen deren Haaren das Gold hängen bleibt und noch iter durch Sichern gereinigt wird (Brasilien); zuweilen endet man Herde [3]) mit Querrinnen (Sardinien) oder it Ueberzügen von Tuch oder Flanell an. In Californien id Australien sind bekannte Apparate die Wiege [4]) radle), der Long-tom [5]) und andere maschinelle Vorrichtun- n.[6]) Auch ist in Californien die hydraulische Ab- aumethode [7]) gebräuchlich, bei welcher man einen starken 'asserstrahl mittelst metallner Röhren oder durch Schläuche gen die Sandbänke leitet, um sie zu lockern, und dann e abgespülte Masse durch Schleusen fortschwemmen lässt. uweilen rentirt das Goldwaschen nur als Nebenbeschäftigung, B. in Siebenbürgen [8]), beim Rhein- und Eddersand c. Die Goldverluste bei den roheren Waschmethoden, z. . auf Fellen, können auf 50% und mehr steigen.

Gewinnungsorte.

Auf diese Weise wird Goldsand verarbeitet in Ame-

---

1) Russegger's Reis. III, 313, 727, 747.
2) B. u. h. Ztg. 1859. S. 258.
3) B. u. h. Ztg. 1863. S. 342.
4) B. u. h. Ztg. 1862. S. 278.
5) B. u h. Ztg. 1862. S. 278.
6) Karst. Metallurgie I, 233. — Zerrenner, Anleitung zum Gold-, Platin- und Diamantwaschen. 1851. S. 1. — B. u. h. Ztg. 1847. S. 769. — Preuss. Ztschr. IV, 104, 132.
7) B. u. h. Ztg. 1860. S. 120.
8) Oestr. Ztschr. 1856. S. 25; 1859. Nr. 10. — Bericht d. ersten Versamml. d. Berg- und Hüttenmänner in Wien. S. 31.

rika [Brasilien[1]), Californien[2]) etc.], Australien[3]), China[4]), Sibirien[5]), am Rhein[6]), in Schlesien[7]), Baiern[8]), Schwarzburg-Rudolstadt[9]), Böhmen[10]),

1) Eschwege, Pluto Brasiliensis. 1833. — Ann. d. min. 1. sér. II, 199; 2. sér. I, 178; III, 283. — Karsten's Arch. XVII, 321. — B. u. h. Ztg. 1842. S. 752. — Burmeister, Reise nach Brasilien. Berlin 1853. S. 591. — Zerrenner, Anleitung zum Goldwaschen etc. 1851. S. LXXVIII. — Bgwfd. IV, 68; XVII, 686.

2) Bgwfd. XII, 767, 783, 800; XIII, 26, 256, 288, 351, 371, 398, 575, 591, 822; XIV, 1, 31. 46; XV, 31, 481. — B. u. h. Ztg. 1850. S. 52, 88, 159, 495; 1853. S. 273; 1854. Nr. 26. — Pogg., LXXVIII, 96. — Analysen des californischen Goldes: Dingl., Bd. 12. S. 116; Erdm., J. f. pr. Chem. XLVI, 405; Bgwfd. XII, 671; XIII, 142; Ann. d. min. 4. sér. XVI, 127; Liebig's Jahresber. 1849. S. 716. — Zusammensetzung des Goldsandes v. Californien, Südamerika, vom Ural und vom Rhein: B. u. h. Ztg. 1850. S. 52. Dingl., Bd. 114. S. 287. — L. v. Tengsborski, über die goldführenden Lagerstätten Californiens und Australiens, deutsch von Hartmann. Weimar 1853. — Jahrb. d. k. k. geolog. Reichsanst. 1850. Nr. 4. S. 718; 1851. Nr. 2. S. 172; Nr. 3. S. 121. — G. Küstel, Processes of Silver and Goldextraction, San Francisco, Carlton. (Sonstige Citate S. 323.)

3) Bgwfd. XV, 382, 799; XVI, 48. — Karsten's Arch. XXIV, 598. — Jahrb. d. k. k. geolog. Reichsanst 1852 Nr. 1. S. 148. (Sonstige Citate S. 323.)

4) Bgwfd. XVI, 17.

5) Rose's Reise nach dem Ural etc. 2 Bde. 1837 u. 1842. — Kraus, Jahrb. f. d. östr. B.- u. Hüttenw. 1852. S. 161. — Bgwfd. VII, 97; IX, 79; X, 481. — B. u. h. Ztg. 1842. S. 148, 289; 1844. S. 667; 1845. S. 713, 755; 1847. S. 705, 769; 1850. S. 52, 88, 159. 495; 1852. S. 529; 1853. S. 173. — Zerrenner, Anleitung zum Gold-, Platin- und Diamantwaschen. Leipzig 1851. S. XLV. — Lampad., Fortschr. 1839. S. 100. — Ann. d. min. 1 livr. de 1843. p. 19. — Cotta, Gangstudien II, 470. — Oestr. Zeitschr. 1854. S. 229. — Kraus, östr. Jahrb. 1852. S. 161. — Berggeist 1861 Nr. 26.

6) Bgwfd. I, 373; XI, 43, 307, 713. — Dumas, angew. Chem. IV 441. — Zerrenner, c. l. S. LXVII.

7) Karst., Arch. 2 R. II, 209; Bgwfd. XII, 395; XV, 409. — Kraus, Jahrb. 1852. S. 125.

8) B. u. h. Ztg. 1846. S. 614.

9) B. u. h. Ztg. 1842. S. 837. — Zerrenner, c. l. S. LXXII.

10) Zeitschr. f. d. östr. B.- und Hüttenw. 1854. S. 67. — J. d. k. k. geol. Reichsanst. 1851. Nr. 2. S. 164; 1854. Nr. 1. S. 210. — Bgwfd. XIII, 197.

Salzburg[1]), **Steiermark**[2]), **Ungarn** und **Siebenbürgen**[3]), **Ural**[4]), **Baden**[5]), **Sardinien**[6]), **Bolivia**[7]) etc.

In **Sibirien** angestellte Versuche[8]) haben ergeben, dass der Goldsand 131mal mehr Gold enthält, als durchs gewöhnliche Verwaschen erhalten wird. Die Goldgewinnung aus **Rheinsand**[9]) mittelst BERDAN's Quetsch- und Amalgamirmaschine[10]) hat sich nicht lohnend erwiesen.

Zweites Kapitel.

Gewinnung des Goldes durch Verwaschen und Amalgamiren des Goldsandes.

Zweckmässigkeit dieser Methode.

§. 99. **Allgemeines.** Diese Methode ist weit vollkommener als die vorige, und es kommt nur darauf an, durch Versuche auszumitteln, wie weit der Sand verwaschen werden muss, um einen hinlänglich concentrirten Schlieg zur Behandlung mit Quecksilber zu erhalten. Das Anquicken geschieht gewöhnlich in **steinernen** oder **eisernen Mörsern**, **Schalen** oder **Trögen** in der Weise, dass man 1 Theil Sand mit 2 Theilen Quecksilber darin mit einem hölzernen Pistill so lange zusammenreibt, bis erfahrungsmässig das Gold ins Quecksilber übergegangen ist. Das abgesonderte Metallgemisch wird durch Beutel von Leder, Barchent oder Zwillich gepresst und das feste Amalgam im offenen Feuer oder in geschlossenen Apparaten, z. B. im Glockenofen (S. 238) oder in Retorten ausgeglüht. Ein sol-

Verfahren.

1) ZERRENNER, c. l. S LXXV.
2) Ibid. S. LXXVI.
3) Ibid. LXXVII. — Jahrb. d. k. k. geolog. Reichsanst. 1854. Nr. 1. S. 230. — Oestr. Zeitschr. f. Berg- u. Hüttenwesen. 1854. S. 91
4) Bgwfd. II, 494.
5) Bgwfd. I, 378.
6) B. u. h. Ztg. 1863. S. 342.
7) Ann. d. min. 1858. livr. 1. p. 155.
8) [illegible], c. l. LXIX.
[illegible] XXI. Nr. 17. — Polyt. Centr. 1858. S. 970.
[illegible] S. 15.

cher Destillirofen wird ganz einfach dadurch hergestellt, dass man auf ein mit Wasser gefülltes rundes Gefäss eine durchlöcherte Thon- oder Eisenplatte legt, darauf das Amalgam thut, über diese Vorrichtung einen Tiegel stülpt und diesen mit dem Untergefäss lutirt. Beim Erhitzen des Tiegels durch ein umgelegtes Kohlenfeuer destillirt das Quecksilber ab und condensirt sich in dem im Untersatze befindlichen Wasser. Das zurückbleibende Gold wird noch auf einer eisernen Platte ausgeglüht und in Graphittiegeln für sich oder mit Borax eingeschmolzen. Ein besseres Flussmittel als Borax soll unterborsaures Natron [1]) sein.

Der gewöhnlich noch goldhaltige Rückstand wird wohl abermals aufbereitet und angequickt. KLEIMENOW [2]) hat auf sibirischen Goldwäschereien einen eigenthümlich construirten Amalgamirherd eingerichtet, welcher sehr günstige Resultate geben soll. Desgleichen ist auch von OKLADNIE [3]) für sibirischen Goldsand ein Goldwaschamalgamirapparat construirt worden.

Gewinnungsorte.

Das Anquicken in Mörsern etc. ist oder war in Ungarn, Siebenbürgen, Croatien, in der Buckowina, im Banat, in Russland, Portugal, Brasilien, Tibet, Guinea etc. in Anwendung [4]). In Sibirien [5]) ist auch die Fässeramalgamation angewandt. Der durch den Waschprozess concentrirte, noch Magnet-, Titan- und Chromeisenstein enthaltende Schlieg wird mit Kochsalz geröstet und gemahlen und mit $^1/_5$—$^1/_{20}$ seines Gewichtes Quecksilber, $^1/_{500}$ Eisenfeilspänen und eben so viel englischer Schwefelsäure nebst Wasser in rotirende Fässer gethan.

1) Zeitschr. f. das östr. B.- u. Hüttenw. 1854. S. 50.
2) Bgwfd. XVII, 565. — B. u. h. Ztg. 1855. S. 62.
3) Bgwfd. XXI. Nr. 4.
4) Ibid. 1854. S. 50. — WINKLER, europ. Amalgamat. 1848. S. 9. — DUMAS, angew. Chem. IV, 443. — ZERRENNER, c. l.
5) Berggeist 1861. Nr. 36.

Drittes Kapitel.

Gewinnung des Goldes durch Verschmelzen von Goldsand.

§. 100. Allgemeines. ANOSSOW[1]) hat versucht, sibirischen Goldsand in Eisenhohöfen mit Flussmitteln auf goldhaltiges Roheisen zu verschmelzen, aus welchem das Gold mittelst Schwefelsäure abgeschieden wird. Diese Versuche ergaben, dass man durchs Schmelzen 28mal mehr Gold ausbringt, als durch das gewöhnliche Waschen; in einem Kupfererzschmelzofen erfolgte sogar 87mal mehr Gold.

Versuche Sibiriei

ULRICH[2]) empfiehlt für gewisse Fälle ein Verschmelzen von goldhaltigem eisenschüssigen Quarz auf goldhaltiges Roheisen.

ZWEITER ABSCHNITT.

Gewinnung des Goldes aus erdigen Goldbergerzen.

§. 101. Allgemeines. Derartige Golderze können nach folgenden Methoden verarbeitet werden:

Verfahre

1) Durch Zerkleinen und Waschen. Nicht zu armer goldhaltiger Quarz etc. wird durch Pochwerke[3]) zerkleint, die Pochtrübe in einen Sumpf geleitet und das angesammelte Pochmehl auf einem Waschherd concentrirt. Nach HOCHEDER[4]) findet bei diesem Verfahren ein Metallverlust von 40—50% statt und würde die Amalgamationsmethode dafür sehr vortheilhaft sein.

Zerkleinei Waschei

2) Durch Zerkleinen, Waschen und Amalgamiren. Die Erze (goldhaltiger Quarz) werden entweder in ein- und demselben Apparate zerkleint und amalgamirt

Zerkleine Waschen Amalgamir

---

1) Bgwfd. I, 478. — KARST., Arch. 2 R. XI, 406. — LAMPAD, Fortschr. 1839. S. 220. — ZERRENNER, c. l. S. XLVII.

2) B. u. h. Ztg. 1859. S. 213.

3) Dampfpochwerk. Polyt. Centr. 1853. S. 589.

III, 286.

[mexicanische Arrastra, BERDAN's Maschine[1]) etc.] oder in Mühlen, Poch- oder Walzwerken zerkleint und die Trübe in den verschiedenartigsten Apparaten[2]) amalgamirt, nachdem nöthigenfalls noch ein Verwaschen stattgefunden hat. Seltener geschieht die Amalgamation in rotirenden Fässern (S. 342), als unter Wasser in Mühlen mit eiserner oder steinerner Unterlage. Zuweilen wird der Quarz vor dem Zerkleinen gebrannt, wobei aber eine Goldverflüchtigung stattfinden soll. Obgleich vollkommner entgoldet, als nach dem vorhergehenden Verfahren, sind die Rückstände von dieser Amalgamirmethode dennoch immer noch goldhaltig genug, indem die durch das Zermalmen des Quarzes erzeugte blättrige Form des Goldes ein Fortschwimmen von Goldflitterchen beim Waschen begünstigt und bei der Amalgamation der rasche Verlauf des Prozesses und das ungleiche Verhältniss von Gold und Quarz sehr ungünstig einwirkt. Aus letzterem Grunde pflegt der Goldgehalt in den Rückständen von armen Erzen grösser zu sein, als von reichen. Wie bereits (S. 342) bemerkt, soll MITCHELL's Apparat diese Uebelstände grossentheils beseitigen.

Beispiele. Als Beispiele mögen folgende gelten:

Mexico. a) In Mexico[3]) werden die Golderze, ähnlich wie bei der amerikanischen Silbererzamalgamation (S. 255), in Kollermühlen (arrastra) zerkleint, wobei Wasser und Quecksilber zur Masse gegeben werden. Das von Zeit zu Zeit abgelassene Amalgam wird in Retorten destillirt. Dieser Zerkleinerungsprozess ist ein sehr langsamer und kostbarer. Ein ähnlicher Prozess in Mühlen mit stehenden Steinen (trapiche) ist in Chili[4]) gebräuchlich, bei welchem nur 33% Au unter bedeutendem Quecksilberverlust ausgebracht

1) B. u. h. Ztg. 1851. S. 416; 1854. S. 30. — Jahrb. d. k. k. geol. Reichsanst. 1854. Nr. 1. S. 207. — Oestr. Ztschr. 1854. S. 121. 342. — Polyt. Centr. 1853. S. 589; 1854. S. 853. — DINGL., Bd. 133. S. 420, 421, 424. — Preuss. Ztschr. III. Bd. 1. Lief. S. XXIII.

2) B. u. h. Ztg. 1859. S. 183; 1861. S. 208. — Preuss. Ztschr. 1856. IV, 114. — Oestr. Ztschr. 1860. Nr. 50. — MUSPRATT-STOHMANN's techn. Chem. 1858. Bd. II. S. 1114.

3) B. u. h. Ztg. 1862. S. 279.

4) B. u. h. Ztg. 1859. S. 266; 1862. S. 291.

werden. Mühlen mit horizontalen Steinen wendet man z. B. in Sardinien[1]) an.

Californi Australi

b) In Californien[2]) und Australien[3]) werden die Goldquarze unter Mühlen, Walz- oder Pochwerken, meist unter letzteren, zerkleint, die Trübe verwaschen und dann in Mühlen amalgamirt oder erst amalgamirt und dann noch über Riffel- oder Planherde geleitet. Fett in den allerkleinsten Mengen stört die Verbindung des Goldes mit dem Quecksilber. Bei Verarbeitung sehr grosser Massen und Beobachtung der grössten Oekonomie machen sich in Australien noch 15 Pennyweight aus der Tonne ausgewaschenes Gold (0,2827 Pfdthlr. pro Ctr.) bezahlt, indem auf 1 Tonne 12 Schilling Kosten kommen.

Brasilien

c) In Brasilien[4]) wird der goldhaltige Quarz gepocht, die Trübe durch ein kupfernes Sieb über ein mit Kuhhautlappen bedecktes Planum geleitet, die Häute alle 2 Stunden ausgewaschen und das Concentrirte in Quantitäten von 1/2 Tonne mit Wasser und Quecksilber 12—30 Stunden lang in Fässern mit 18 Umdrehungen pro Minute rotiren gelassen. Unter Zufügung von mehr Wasser lässt man dann langsamer rotiren, damit das zerstiebte Quecksilber wieder zusammenläuft, und dann wird wie bei der Silbererzamalgamation verfahren. Das Goldausbringen beträgt bei diesem langwierigen Prozesse 60—70%.

Siebenbür

d) In Siebenbürgen[5]) werden die Golderze, welche sehr wenig oder gar kein Silber enthalten, durch Pochen in feinen Staub verwandelt und auf Plannenherden verwaschen. Der Goldschlieg von den Plannen wird in einem Handtrog verwaschen und der Amalgamation in Mörsern unterworfen. Gold- und Silbererze, aus denen das Gold zum Theil durch die Aufbereitung oder Amalgamation ge-

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 342.
2) Preuss. Ztschr. IV, 114. — Siehe weitere Citate S. 352.
3) B. u. h. Ztg. 1859. S. 183; 1862. S. 291.
4) Burmeister, Reise nach Brasilien. 1853. S. 386. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 266.
5) Bgwfd. X, 214. — Ueber Siebenbürgische Goldbergbaue: Oestr. Ztschr. 1858. S. 33, 54. — Bericht d. 1. Versamml. v. Berg- und Hüttenmännern in Wien. 1859. S. 31.

wonnen werden kann, werden gepocht und die Pochtrübe über Plannenherde oder durch Amalgamirmühlen geleitet, um einen Theil des gediegenen Goldes als sogenanntes Mühlengold vor weiterer Aufbereitung und Schmelzung der Erze (güldische Roharbeit) auszuziehen. Durch diese Vorarbeit entstehen fast gar keine Kosten, der Goldgehalt der Erze verringert sich nur um einen unbedeutenden Bruchtheil und das gewonnene Gold deckt häufig die Aufbereitungs- und Hüttenkosten.

Die Tyroler Amalgamirmühlen haben an mehreren Orten die Plannenherde verdrängt. Enthalten die Erze 5—8 Loth Mühlengold, so geben erstere Apparate 1 Loth Gold mehr, als die Herde. Da indessen auf 1000 Ctr. Erz 1½ Pfd. Quecksilber verbraucht werden und dieser Verlust weniger von dem Gehalte der Erze, als von der Quantität derselben abhängt, so sind die Mühlen nur bei einem gewissen Goldgehalte mit Nutzen anzuwenden. Derselbe darf wegen des Quecksilberverlustes nicht zu gering sein. Ist er zu hoch, so entzieht sich zu viel Gold der Einwirkung des Quecksilbers und die Plannenherde bringen, namentlich wenn sie bei reichen Geschicken eine entsprechende Länge haben, mehr Mühlgold aus. Bei Behandlung reicher Erze in Mühlen lässt man das schlammige Wasser, nachdem dasselbe 3 Mühlen passirt hat, noch über den Plannenherd fliessen. Sind die Erze sehr reich, so werden die durch die Aufbereitung gewonnenen Schliege nochmals sorgfältig verwaschen.

[Magurka] e) Zu Magurka[1]) in Ungarn werden Goldquarze gepocht, die Trübe theils durch Zeller Quickmühlen geleitet, theils über Plachenherde, Stossherde und Kehrherde. Man producirt jährlich 70—80 Mark Gold.

[Roharb. Verbleiung.] 3) Durch Verschmelzen ärmerer erdiger Gold- und Silbererze mit Schwefelkies (Güldische Roharbeit S. 344) und Behandeln des entstehenden Steines mit Blei.

[Offenbanya.] a) Zu Offenbanya in Siebenbürgen[2]) werden

1) Oestr. Ztschr. 1856. S. 58.
2) Bgwfd. III, 286; IV, 62; X, 209. — Karst., Met. I, 246.

arme gold- und silberhaltige Erze, nachdem vorher ein Theil des Goldes durch Aufbereitung oder in Goldmühlen (S. 358) ausgezogen, mit Schwefelkies auf Rohstein verschmolzen, dieser geröstet, mit Erzen von mittlerem Gehalt aufs Neue verschmolzen, der angereicherte und geröstete Stein mit reichen Erzen durchgestochen und der letzte Stein in noch flüssigem Zustande mit silberarmem Blei in dem äussern Tiegel des Ofens eingetränkt. Der erhaltene Stein wird stark geröstet und so oft mit reichen und kupferkiesigen Erzen beschickt und demselben Prozesse unterworfen, bis sich derselbe in Kupferstein umgewandelt hat, der an die Kupferarbeit abgegeben wird.

Szalathna.

b) Zu Szalathna[1]) behandelt man die reichen über 20 Deniers enthaltenden Dürrerze, das heisst solche, welche nur aus edlen Metallen, Kiesen und Erden bestehen, wie die reichen Erze zu Offenbanya; dagegen werden alle blei- und goldhaltigen Erze, namentlich Bleiglanz, die Tellurerze und die goldreichen Schliege mit bleiischen Vorschlägen (Glätte, Herd, Abstrich, Bleiglanzschliegen) auf silber- und goldhaltiges Werkblei und Stein verschmolzen, welcher letztere zu Offenbanya mit metallischem Blei entsilbert und entgoldet wird. Nur die reichsten Golderze beschickt man mit so viel bleiischen Zuschlägen, dass alle edlen Metalle vom Blei aufgenommen werden und ein armer Stein entsteht.

Nagybanya.

In Betreff des Metallausbringens und des Brennmaterialconsums ist der Armverbleiungsprozesss zu Nagybanya vorzuziehen (S. 95). Beim Eintränken des Steins wird der Gehalt an edlen Metallen aus dem Stein nur unvollständig ausgezogen und die wiederholte Verschmelzung desselben erfordert viel Brennmaterial und veranlasst bedeutende Metallverluste.

Das Eintränken des Steines ist nur da anzuwenden, wo an Blei oder bleiischen Producten Mangel ist.

Longmaid's Methode.

c) Nach Longmaid[2]) lässt sich in Gebirgsarten eingesprengtes Gold dadurch gewinnen, dass man die zerkleinten

1) Bgwfd. X, 231.

2) B. u. h. Ztg. 1853. S. 268. — Oestr. Ztschr. f. Berg- u. Hüttenwesen. 1853. S. 36.

Erze durch ein Sieb mit wenigstens 3 Maschen pro □" wirft und das Siebfeine mit geröstetem Schwefelkies, Eisenoxyd, Kalkstein und Flussspath vermengt, das Gemenge mahlt und im Flammofen schmilzt, wobei sich das Gold grösstentheils niederschlägt, zum Theil aber in der Schlacke bleibt. In letztere wird ein Eisenblech gebracht, auf dessen Oberfläche sich das Gold absetzt und beim Eintauchen des rothglühenden Bleches in geschmolzenes Blei weggelöst wird.

DRITTER ABSCHNITT.

Gewinnung des Goldes aus geschwefelten Erzen.

gute- chungs- hoden.

§. 102. Allgemeines. Als geschwefelte Erze, in denen sich zuweilen Gold befindet, sind hauptsächlich anzuführen: Schwefelkiese (Goldkiese), ferner Arsenkies und manche Kupfer-, Antimon-, Zink- und Bleierze. Die Auswahl der Zugutemachungsmethode richtet sich ausser nach Localverhältnissen hauptsächlich nach dem Goldgehalte und ob das Gold gediegen oder vererzt oder in beiden Zuständen vorkommt. Das Blei ist zwar ein vorzügliches Extractionsmittel für Gold in beiderlei Zuständen und nimmt gleichzeitig einen Silbergehalt mit auf, führt aber die (S. 343) erwähnten Uebelstände herbei. Von Quecksilber wird nur das in den Erzen enthaltene Freigold ausgezogen (S. 342) und das vererzte Gold muss zuvor durch Verwitternlassen oder Rösten der Schwefelkiese in metallischen Zustand versetzt werden. Storer und Whelpley[1]) empfehlen ein Rösten des feinzertheilten Kieses nach Gerstenhöfer's[2]) Verfahren in einem Ofen, in welchem das Erzmehl schwebend in einer Atmosphäre von heisser Luft und Wasserdampf sich oxydirt und dann in Wasser fällt, wobei sich die gebildeten schwefelsauren Salze lösen; der Rückstand wird amalgamirt. Zuweilen ist es vortheilhaft, in Erzen vorkommendes Freigold (Mühlgold) durch Amalgamation auszuziehen und aus den

1) B. u. h. Ztg. 1864. S. 392.
2) B. u. h. Ztg. 1864. S. 6.

Rückständen vererztes Gold und Silber durch Verbleiung zu gewinnen (S. 342).

Sonstige Hüttenprozesse auf nassem Wege erfordern, dass das Gold metallisch oder als Chlorgold vorhanden sei und erheischen deshalb eine oxydirende (PLATTNER's Methode) oder eine chlorirende Röstung (Methoden von KISS, RÖSZNER und PATERA), in welchem letzteren Falle Gold und Silber mit einander gewonnen werden können. Geringe Goldgehalte in Silber- und Kupfererzen lässt man sich, ohne auf die Goldextraction weiter Rücksicht zu nehmen, im ausgebrachten Silber, Kupferstein oder Kupfer ansammeln und scheidet sie daraus mittelst Schwefelsäure ab (Unterharz, Ungarn).

Erstes Kapitel.

Goldgewinnung durch Verwaschen verwitterter Kiese.

Verwaschen in rohem Zustande.

§. 103. Allgemeines. Nach BOUSSIGNAULT und BECQUERELL [1]) gehen beim Verwaschen roher Kiese $^2/_3$—$^3/_4$ Gold verloren, desgleichen steigt der Goldverlust, wenn die Erze nicht in möglichst feinzertheiltem Zustande verwaschen werden, so dass sich das Gold in einem Zustande der feinsten Vertheilung befindet. Vortheilhafter wird die Goldgewinnung, wie z. B. zu Marmato [2]) in Brasilien aus einem $^1/_{5000}$ Gold enthaltenden Kies, wenn man denselben mahlt, verwäscht, das Concentrirte verwittern lässt und durch fortgesetztes Verwaschen und Verwittern das Gold ausscheidet.

Verwaschen in verwittertem Zustande.

1) Bgwfd. V, 50.

2) Ann. d. min. 2 sér. I, 319. — ERDM. J. I, 490. — KARST. Arch. 2 R. XVII, 176. — DUMAS, angew. Chem. IV, 432.

Zweites Kapitel.

Goldgewinnung durch Waschen und Amalgamiren geschwefelter Erze.

Amalgamirmethoden.

§. 104. Allgemeines. Seltener werden die Erze verwaschen, geröstet und amalgamirt [Salzburg[1]), Bodenmais[2])], als dass man den ungerösteten verwaschenen Erzen ihren Gehalt an freiem Gold durch Amalgamation grossentheils entzieht (Mühlgoldgewinnung) und den übrigen Theil des Goldes nebst einem Silbergehalt durch Verbleien zu gewinnen sucht (Salzburg, Tyrol, Ungarn).

Werth der Mühlgoldgewinnung.

Zur Entscheidung der Frage, ob es vortheilhafter sei, die ganze Mühlgoldgewinnung zu ersparen und das Gold allein durch mechanische Aufbereitung und Verbleiung zu gewinnen, sind in Schemnitz umfangreiche Versuche angestellt, welche namentlich hinsichtlich des Metallausbringens der Beibehaltung der Mühlgoldgewinnung das Wort geredet haben.[3])

Die Amalgamation[4]) findet entweder sofort mit der Trübe statt und es erfolgt erst nach derselben eine weitere Aufbereitung (Tyrol, Schemnitz) oder man bereitet das gepochte Erz erst weiter auf und lässt dann die Schliege zur Amalgamation gelangen (Salzburg). Es scheint von vornherein, als ob die Amalgamation am Pochtroge (Tyroler Methode) den Vorzug hinsichtlich des Metallausbringens verdiene, weil alle Goldtheilchen mit dem Quecksilber in Berührung kommen können, während durch Anquicken der Schliege bei der Salzburger Methode nur der bei der Aufbereitung nicht verloren gegangene Theil Gold zu gewinnen steht. Erfahrungsmässig ist für die Auswahl der einen oder andern Methode hauptsächlich entscheidend, ob

1) Karst. Met. I. 241. — Dumas, angew. Chem. IV, 436.
2) B. u. h. Ztg. 1857. S. 205. 210. — Polyt. Centr. 1857. S. 1461.
3) Oestr. Ztschr. 1854. S. 2. — Rittinger's Erfahr. 1854. S. 39; 1858. S. 29.
4) Leoben. Jahrb. 1857. VI, 224.

ıan es mit mildgepochten schliegarmen (Tyrol) oder schlieg-
eicheren Gezeugen (Tyrol, Salzburg, Schemnitz) zu
ıun hat. Zuweilen gelangt man zu minderen Goldverlusten
urch Combination der Tyroler und Salzburger Methode
ıeuere Salzburger Methode), als bei letzterer allein.

Die Amalgamirmühlen[1]) (Bd. I. S. 565. Taf. XIII,
'ig. 340; Bd. IV. Taf. IV, Fig. 86) haben an den verschie-
lenen Orten eine etwas abweichende Construction. Die
Tyroler Mühlen machen 18—20 Umdrehungen pro Min.,
ie erhalten eine Vorwage von 50 Pfd. Quecksilber, die
Trübe fliesst ziemlich dick auf und das Amalgam wird alle
Monate ausgehoben; Salzburger Mühlen, welche Schliege
verarbeiten und die Trübe fast wasserhell empfangen, ma-
chen 80—90 Umdrehungen, erhalten wegen dieser grösseren
Geschwindigkeit zur Vermeidung der Quecksilberverluste an-
fangs nur 3—4 Pfd. Quecksilber, dann wird soviel allmälig
nachgesetzt, dass 10—12 Pfd. vorhanden sind, wo dann in der
Mühle so viel Schlieg liegen geblieben zu sein pflegt, dass sie
gänzlich ausgeräumt werden muss. Diese verschiedene Ein-
richtung des Mühlganges steht mit dem vorhin angegebenen
abweichenden Aufbereitungsgange in Tyrol und Salzburg
im Einklang. Die Trübe fliest entweder nur durch eine
oder durch zwei, seltener durch mehrere verbundene Mühlen.
Man lässt gewöhnlich das Quecksilber so lange in den
Mühlen, bis sich dasselbe mit Gold gesättigt hat. Senn-
hofer[2]) wendet zum vollständigen Ausbringen des Mühl-
goldes sogenanntes destillirtes Quecksilber an, d. h.
statt des beim Auspressen des Amalgams durch Leder er-
haltenen, immer noch güldischen Quecksilbers durch Destil-
lation des aus den Mühlen genommenen flüssigen Amalgams

Abänderungen der üblichen Methode.

[1]) Ueber zweckmässige Construction der Goldmühlen: Saarosy in Oestr. Ztschr. 1861. Nr. 41. — Guttaperchariemen an Goldmühlen: Oestr. Ztschr. 1856. Nr. 28. — Zeichnungen von Mühlen und Destilliröfen zu Schemnitz in Rittinger's Erfahr. 1854. — Russegger, der Aufbereitungsprozess gold- und silberhaltiger Pocherze im Salzburg'schen Montanbezirke. 1851. S. 157. — Leob. Jahrb. 1857. VI, 217, 224.

[2]) Oestr. Ztschr. 1854. S. 34.

erfolgtes. Wie mehrfache Versuche[1]) ergeben haben, verspricht dieses Verfahren bei schliegreichen Pochgängen keinen besondern Vortheil, ist dagegen beachtungswerth bei allen denjenigen Pochgängen, bei welchen die Mühlgoldgewinnung die Hauptsache ist. Auch führten URBASZ' Verfahren[2]), die Trübe unter das Quecksilber zu leiten, LILL's Entgoldung durch die Quecksilbersäule[3]) und SENNHOFER's Versuche[4]), die Trübe durch Herabtropfen in Quecksilber zu entgolden, nicht zu den gewünschten Resultaten.

Zell. §. 105. Beispiele. 1) Zu Zell[5]) in Tyrol wird ein goldhaltiger quarziger, mehr oder weniger mit Kiesen imprägnirter Thonschiefer[6]), welcher in 1000 Ctr. 11—12 Loth Gold mit unbedeutendem Schlieg- und güldischem Silbergehalt besitzt, gepocht, die Trübe durch einen Trichter in einen 3theiligen Kasten geleitet, dessen Abtheilungen zu 3 Mühlen führen, in deren jeder sich 14 Pfd. Quecksilber befinden. Hat sich, bei 20maliger Umdrehung des Läufers pro Min., das Quecksilber mit Gold gesättigt, so nimmt man Schlieg, Amalgam und Quecksilber heraus, sondert ersteren mittelst Handsachse (eigenthümlicher Sichertrog) ab, wäscht letztere mit kaltem und warmem Wasser bis zum völligen Reinwerden, presst die Masse wiederholt durch sämisch gegerbtes Leder, formt das erhaltene Amalgam zu kleinen Kugeln und glüht dieselben im Glockenapparat (S. 238) aus. Von der Zerlegung in der Mühle an bis zum Ausglühen des Amalgams gehen 8—9 Stunden; 3 Mühlen verarbeiten in 2,5 Stunden 115—125 Pfd. Schlieg. Das Goldausbringen beträgt etwa 50%.

Schemnitz. 2) In Schemnitz[7]) werden Blei- und Silbererzpoch-

1) Oestr. Ztschr. 1856. S. 285. — RITTING. Erfahr. 1854. S. 40; 1859. S. 24. — Berggeist. 1859. Nr. 61.
2) Oestr. Ztschr. 1856. S. 287. — RITTING. Erfahr. 1859. S. 22.
3) B. u. h. Ztg. 1842. Nr. 19. — WINKLER, europ. Amalgam. 1848. S. 21. — Bgwfd. IV, 383.
4) RITTING. Erfahr. 1855. S. 32.
5) RUSSEGGER c. l. — B. u. h. Ztg. 1851. S. 593; 1852. S. 277. — Oestr. Ztschr. 1856. S. 283.
6) v. COTTA's Erzlagerst. II, 324.
7) RITTING. Erfahr. 1854. S. 29. (Nebst Zeichnungen von Goldmühlen, Destillirapparat etc.)

gänge, erstere mit 10 Lth. bis 1 Mark 3—5 Lth., letztere mit 6—8 Mark Mühlgold in 1000 Ctrn. gepocht und die Trübe durch 2 verbundene Goldmühlen (Taf. IV. Fig. 86,87) geleitet. *a* Gusseisenschalen, 6,5 Z. hoch, oben 2 F. und unten 1,5 F. weit, mit 3 Z. weitem angegossenen Hals *b* zur Aufnahme der Läuferspindelpfanne *c*. *d* hölzerner Läufer, bei *e* konisch ausgehöhlt und mit 5 Z. weiter Oeffnung *f* am Boden; Raum zwischen Läufer und Schale $^3/_4$ Z., Breite des Quecksilberringes 7 Z.; Höhe der Quecksilbersäule $^1/_2$ Z. über dem Boden bei 50 Pfd. Vorlage; Raum um den Hals *b* zum Einfluss der Trübe 1 Z. *g* Ringe von Eisenblech am Läufer, *h* 20 radial gestellte Zähne von dickem Eisenblech, $2^1/_2$ Z. lang und $^3/_4$ Z. breit. *m* Ausflussöffnung für die Trübe. *i* Läuferspindel, mittelst des Bügels *k* am Läufer *d* befestigt, in der Pfanne *c* sich drehend, am oberen Ende mit einer Scheibe zur Aufnahme von Gurten oder mit einem konischen Rand oder dem Nemes'schen Kurbelapparat versehen.

Die Pochtrübe gelangt aus dem Pochtrog in eine längs den Goldmühlen liegende Oberlutte, aus dieser durch blecherne Rinnen in die Goldmühlen *A* der oberen und von da auf die der unteren Reihe *B*. Es passiren durch eine Mühle in 1 Sec. 0,015 Cbfss. von 3 Stempeln erzeugte Trübe mit 1—1,5 Lth. Mehlinhalt. Alle 4 Wochen werden die Läufer ausgehoben, das Quecksilber von der Pochsandkruste gereinigt, nebst dem Amalgam in blechernen Töpfen herausgenommen und in leinene Spitzbeutel gegossen. Die Trübe aus den Mühlen *B* fliesst über Plannenherde (Plachherde), dann behuf Sortirung nach der Korngrösse in Mehlrinnen oder Spitzkästen. Die Plannen werden von Zeit zu Zeit in einem Bottich abgespült, die Plachenmehle auf Kehrherden mit der Quere nach kreuzweise geritztem Boden (Goldlutten) verwaschen, aus dem geläuterten Goldschlieg das Gold nebst aus den Amalgamirmühlen ausgetretenem Quecksilber auf dem Scheidetroge ausgezogen und dann in gusseisernen Mörsern mittelst hölzerner Reiber mit Quecksilber in innige Berührung gebracht, wobei Amalgam von der Nacharbeit erfolgt. Die Trübe von der Läuterung auf den Goldlutten lässt man sich in einem Kasten

klären, concentrirt den abgesetzten Schlieg noch ein- oder zweimal auf der Goldlutte und lässt ihn noch einmal über den Stossherd, wo er dann als Luttenschlieg zur Einlösung kommt.

Behuf des Auspressens des goldhaltigen Quecksilbers werden die damit gefüllten doppelten Spitzbeutel *a* (Taf. IV. Fig. 89) in einen Ring *b* gehängt, welcher an 3 Stäben *c* über einem 15 Z. hohen und oben 11 Z. weiten eisenblechernen Kessel *d* befestigt ist. Zunächst wird mit den Händen das Quecksilber durch den Beutel, dann das entstehende weiche Amalgam so lange in Berührung mit heissem Wasser durch Leinwandstücke gepresst, bis hartes Amalgam entsteht, d. h. solches, welches an 30—35% Quecksilber abgibt. Das ausgepresste Quecksilber mit etwa $1^1/_4$ Lth. Gold im Ctr. wird aus dem auf einem Dreifuss *e* ruhenden Eisenkessel *d* durch eine mit Hahn versehene Röhre *f* am Boden abgelassen. Das Amalgam aus den Goldmühlen hält 25—33, das aus der Nacharbeit 40—50% Gold.

Das zu 7—8 Lth. schweren, in Leinwand gehüllten Kugeln geformte Amalgam wird auf blechernen Tellern *a* (Taf. IV. Fig. 88), die mit ihrem Halse auf dem Ständer *b* über einander geschoben sind, in einer Retorte *A* ausgeglüht, indem diese von dem Rost *c* aus erhitzt wird. Der Deckel *d* ist mit einem Kitt aus Thon und Ziegelmehl lutirt. *e* Eisenplatte. *f* Röhre zur Ableitung der Quecksilberdämpfe. *g* Rohr, am oberen Ende mit einer Platte *h* und einem hölzernen Pfropf *i* geschlossen, am untern Ende in den mit Wasser gefüllten Kasten *k* einragend. *m* transportabler Schlot. Nach $^3/_4$—1stündiger Feuerung beginnt die Destillation des sich in der Schale *l* ansammelnden Quecksilbers und ist nach $2^1/_2$—3 Stunden beendigt. Man nimmt dann den Deckel *d* ab, fegt die in den Röhren *f* und *g* befindlichen Quecksilberkügelchen (Quecksilbermohr) mit einer Bürste heraus und reibt den Mohr in einer Schale zu Kügelchen. Die ausgeglühten Mühlgoldkugeln werden mit einer Bürste gereinigt und cupellirt, wobei pro Mark 0,44 Lth. Verlust entstehen. Man bringt etwa 70—75% Gold in den Mühlen und 25—30% durch die Nacharbeit aus. Der Quecksilberverlust beträgt pro 1000 Ctr. bei blei-

schen Pocherzen 1 Pfd. 6 Lth. bis 1 Pfd. 16 Lth., bei nicht bleiischen 17—20 Lth.

Salzburg

3) Im Salzburg'schen [1]) (Rathhausberg bei Gastein, Goldberg bei Rauris) findet sich auf Gängen Gold im Quarz in Begleitung von Fahlerz, Kupferkies, Buntkupfererz, Eisen- und Arsenkies, Bleiglanz, Blende etc. [2]). Man scheidet die Erze in Glaserze, Quarz- und Derbkiese. Erstere kommen zur directen Verbleiung, Quarz- und Derbkiese zur Roharbeit in Lend (S. 71) und die Pochgänge zur Amalgamation. Die Pochtrübe gelangt zur Separation auf mehrere stossherdartig sich bewegende Siebe (Rätter), die Siebgröbe wird feingepocht, die dabei erfolgende Trübe in Tyroler Mühlen (S. 363), deren 2 zusammenwirken, geleitet und von da in Spitzkästen zur weitern Separation geleitet. Die durch den bezeichneten Separationsrätter hindurchgegangene Trübe passirt eine Reihe Spitzkästen, die Obertrübe vom ersten oder röschesten Spitzkasten geht auf 40 Tyroler Mühlen, die rösche Untertrübe wird auf Stossherden verwaschen und das dabei erzielte Herdköpfel (Niederschläge nächst dem Herdkopfe) in 4 Salzburger Mühlen (S. 363) amalgamirt. Die Trübe aus den übrigen Spitzkästen gelangt mit der in Tyroler Mühlen amalgamirten Trübe vom Feinpochen der Gröbe auf Stossherde etc. Es ergab sich ein Aufbereitungsverlust von 52,9% Gold, nämlich 19,7% beim Grobpochen, 4,2% beim Feinpochen, 21,4% bei Verarbeitung der Educte des Grobpochens und 1,6 desgl. beim Feinpochen. Der Quecksilberverlust beträgt pro Mark Mühlgold 25—30 Lth. und 1 Mark Wasch- oder Rohgold enthält 2—5 Lth. Silber. Die Producte der Aufbereitung werden nach Lend (S. 71) geliefert.

1) Leob. Jahrb. 1857. VI, 197. — Russegger, c. l. — B. u. h. Ztg. 1859. S. 266.
2) v. Cotta's Erzlagerst. II, 318.

Drittes Kapitel.

Goldgewinnung durch Verbleiung güldischer Kupfer-, Silber- und Bleierze.

Modificationen.

§. 106. Allgemeines. Selten enthalten von andern nutzbaren Metallen freie Kiese (Schwefel- und Arsenkies) einen so grossen Goldgehalt, dass im rohen oder gerösteten Zustande die Kosten einer directen Verbleiung lohnten [Tellurerze in Siebenbürgen[1]), Low's Verfahren[2])]. Meist muss das Vorhandensein anderer nutzbarer Metalle die Kosten decken helfen. Man pflegt dann mit den Erzen alle Prozesse vorzunehmen, welche die Abscheidung des Silbers, Kupfers oder Bleies bezwecken, lässt sich den Goldgehalt in Producten (Silber, Kupfer, Kupferstein) ansammeln und nimmt aus diesen eine Abscheidung des Goldes vor (Ungarn, Siebenbürgen, Unterharz, Lend) etc. Namentlich bleiische, Silber und Gold enthaltende Kupfererze, welche sich weder durch Amalgamation noch nach AUGUSTIN's und ZIERVOGEL's Methode zugutemachen lassen, verschmilzt man zweckmässig auf Kupferstein, welcher geröstet und mit verdünnter Schwefelsäure von Kupferoxyd befreit wird. Der rückständige gold- und silberhaltige Schlamm wird verbleit [Freiberg S. 308, Coloradoerze[3])]. Am Unterharz (S. 314) werden Schwarzkupfer auf diese Weise behandelt. Durch letztere Methoden bringt man neben Gold und Silber auch Blei und Kupfer ziemlich vollständig aus und das erfolgende Gold ist feiner, als z. B. das kupferreiche Amalgamirgold.

1) Oestr. Ztschr. 1854. S. 279. — ERDM. J. f. pr. Ch. LX, 169.
2) B. u. h. Ztg. 1857. S. 44.
3) B. u. h. Ztg. 1864. S. 384.

Viertes Kapitel.

Goldgewinnung aus geschwefelten Erzen und Hüttenproducten, Quarz etc. durch Auflösung und Fällung.

§. 107. Allgemeines. Von der Anwendbarkeit der hierher gehörigen Methoden war bereits (S. 345) die Rede; die hauptsächlichsten derselben sind nachfolgende.

Verschied Methode

§. 108. PLATTNER's Goldextraction mit Chlorgas für goldhaltige Kiese (Arsen- und Schwefelkies). Dieses Verfahren PLATTNER's [1]) beruht darauf, dass Chlorglas metallisches Gold in lösliches Goldchlorid verwandelt, ohne anwesende Metalloxyde [2]) im Wesentlichen anzugreifen (I. 48). Aus der Lösung des Goldchlorides in Wasser lässt sich dann das Gold metallisch durch Eisenvitriol, Arsenchlorür, metallisches Eisen oder Kupfer etc. oder im geschwefelten Zustande durch Schwefelwasserstoffgas ausfällen, worauf das getrocknete und abgeröstete Schwefelgold noch mit Blei abgetrieben oder mit Salzsäure gewaschen und mit Borax und Salpeter geschmolzen wird.

Theorie

Auch für goldhaltigen Quarz [3]) oder Sand [4]) ist dieses Verfahren empfohlen und für goldhaltiges Kupfer auf den Vivian'schen Werken [5]) in Swansea ausgeführt. Ein Silbergehalt beeinträchtigt die Entgoldung, weil die gebildete Chlorsilberschicht der weiteren Einwirkung des Lösungsmittels eine Grenze setzt.

Zum Gelingen des Prozesses sind, wie die Untersuchungen von PLATTNER, LANGE [6]), RICHTER [7]), GEORGI [8]),

Erforderni zum Gelin

1) PLATTNER, Probirkunst mit dem Löthrohr. 1853. S. 571.

2) Wirkung des Chlors auf Metalloxyde: POGG. Ann., Bd. 112. S. 619.

3) DINGL., Bd. 149. S. 77. — Polyt. Centr. 1858. S. 763.

4) B. u. h. Ztg. 1859. S. 339; 1860. S. 135.

5) B. u. h. Ztg. 1863. S. 168.

6) KARST. Arch. 2 R. XXIV, 396. — B. u. h. Ztg. 1852. S. 169. — Preuss. Ztschr. 1856. III, 128.

7) B. u. h. Ztg. 1850. Nr. 52. — Bgwfd. XIV, 202. — ERDM. J. f. pr. Chem. LI, 151.

8) B. u. h. Ztg. 1860. S. 133; 1861. S. 145.

DUFLOS[1]) u. A. ergeben haben, folgende Erfordernisse zu erfüllen:

1) Das Gold muss in dem zu behandelnden Material metallisch vorhanden sein; ist dasselbe vererzt, so bedarfs einer vorherigen vollständigen Röstung des Productes anfangs bei schwacher, dann bei verstärkter Hitze und nicht zu heftigem Luftzuge zur Vermeidung einer mechanischen Verflüchtigung von Gold. Das Zusammensintern (z. B. begünstigt durch einen Blei- und Wismuthgehalt) muss möglichst vermieden, Klümper mit dem Rösthammer sorgfältig zerschlagen und die Röstung so lange fortgesetzt werden, bis eine genommene und ein wenig angefeuchtete Probe nach einigem Liegen an der Luft keine Reaction auf Eisenvitriol mehr gibt. Dieser, so wie auch arsenige Säure und Antimonchlorür zersetzen sonst demnächst das Goldchlorid.

2) Abwesenheit von Schwefel- und Arsenmetallen, also vollständige Abröstung der Substanz, indem sonst unter unnützem Verbrauch an Chlor die Schwefel- und Arsenmetalle in Chlormetalle übergehen, welche sich mit dem Chlorgold lösen und zum Theil mit Gold gefällt werden, z. B. durch Schwefelwasserstoff. Auch kann gebildeter Chlorschwefel mit Wasser Salz- und Schwefelsäure geben, welche Metalloxyde auflösen. Bei der Röstung müssen alle Eisentheile, welche etwa durch die Pocheisen ins Erz gelangt sind, in Eisenoxyd verwandelt werden, auch dürfen im Wasser lösliche fremde Metalloxydsalze nicht mehr vorhanden sein, weil sonst das Eisen gelöstes Gold wieder ausfällen, auch Chlor aufnehmen würde und die löslichen Metallsalze zur Verunreinigung des Goldes beitragen.

3) Von Salzsäure freies, also in Wasser gewaschenes Chlorgas, weil die Salzsäure vorhandene Metalloxyde auflöst, deren Metalle bei der Fällung das Gold verunreinigen können, und bei Anwesenheit von Schwefelmetallen bei mangelhafter Röstung Schwefelwasserstoff entsteht, welcher gelöstes Gold schwefelt. Chlorwasser wirkt weniger kräftig als Chlorgas auf das etwas erwärmte und angefeuchtete Erz

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 37.

und nach CALVERT[1]) soll Chlorgas im statu nascenti, in der Erzmasse selbst aus Braunstein und Salzsäure entwickelt, am wirksamsten sein.

4) Ein Kalkgehalt der Erze vermehrt unnützer Weise den Chlorverbrauch und führt zu einem variablen Goldausbringen.[2])

5) Die Anwendung passender Gefässe (nicht von Holz oder Metall), am besten in Gestalt nach unten zusammengezogener Steingutflaschen, mit einer durch ein Quarzfilter verdeckten Oeffnung im Boden.

6) Möglichst vollständige Auslaugung der Rückstände, welche eine bedeutende Wassermenge binden und eine vollständige Verdrängung des gelösten Goldes erschweren. GEORGI[3]) hat die Anwendung eines Saugapparates, wie bei der Fabrikation des Zuckers, vorgeschlagen.

7) Schutz der Arbeiter gegen das Chlor durch passende Stellung der Chlorentwicklungsgefässe, Ventilation etc. Vortheilhafter soll man statt des stets im Ueberschuss anzuwendenden und lästigen Chlors nach RÖSZNER[4]) ein Gemisch von kalter Chlornatriumlösung und Chlorwasser anwenden, welches kräftig lösend wirkt, das Gold gegen alle fällenden Einflüsse im Bereiche der Extractionsgefässe schützt und eine Lösung gibt, aus der sich im erwärmten Zustande das Gold durch Kupfer ausscheiden lässt.

Nach ALLAIN[5]) lassen sich aus Kiesen mittelst Chlors noch $^{1}/_{10000}$ Gold ausziehen, wenn sie zuvor geröstet und durch Behandlung mit Schwefelsäure von Eisen, Kupfer, Zink etc. zum grössten Theil befreit sind.

Beispiele

Als Beispiele für dieses Verfahren lassen sich anführen:

Reichenste

a) Reichenstein[6]) in Oberschlesien. Daselbst

1) B. u. h. Ztg. 1865. S. 42.
2) B. u. h. Ztg. 1860. S. 135.
3) B. u. h. Ztg. 1861. S. 145.
4) Oestr. Ztschr. 1863. Nr. 26, 27. – B. u. h. Ztg. 1863. S. 336.
5) DINGL., Bd. 63. S. 292. — Polyt. Centr. 1849. S. 1343.
6) B. u. h. Ztg. 1850. Nr. 52; 1852. S. 169. – LANGE, c. l.; DUFLOS, c. l.; GEORGI c. l. — Handschriftliche Mittheil. von Herrn DIETZSCH.

vorkommender goldhaltiger Arsenkies [1]) wurde zu Anfang des 17. Jahrhunderts zur Goldgewinnung benutzt, so lange gleichzeitig Bergbau auf Bleiglanz daselbst umging. Mit dessen Aufhören nahm die Golderzeugung ein Ende, dagegen fand seit Mitte des vorigen Jahrhunderts die Darstellung von Arsenikalien statt, während die dabei erfolgenden Rückstände (Arsenikabbrände) weder durch Verwaschen, noch durch Verbleiung oder Amalgamation mit Vortheil zugutegemacht werden konnten und deshalb bis zum Jahre 1851 aufgehäuft blieben, seit welcher Zeit sie bei einem Ankaufspreise von 6 Sgr. pro Ctr. in der GÜTTLER'schen Goldhütte mittelst Chlors extrahirt sind.

Nach v. DECHEN beträgt der Goldgehalt des Kieses 0,142—0,138%; die Abbrände zeigen der erhaltenen Goldausbeute zufolge einen Gehalt von $^1/_{12}$—$^1/_{30}$ Loth im Ctr. (nach LANGE $^1/_{12}$—$^1/_{16}$, nach COESTER $^1/_8$—$^1/_9$, nach DUFLOS nicht über $^1/_{24}$, nach TUNNER $^1/_{12}$—$^1/_{13}$, nach RAMMELSBERG $^1/_{17}$ Lth. Gewöhnlich gewinnt man $^1/_{12}$—$^1/_{10}$ Lth. Gold, während die früheren Schmelz- und Abtreibeprozesse nur $^1/_{18}$ Lth. gaben.

Nach GEORGI werden sämmtliche Kosten, sowie die Zinsen des Anlagecapitals durch eine Ausbeute von $^1/_{36}$ Lth. pro Ctr. noch gedeckt.

Die Extractionsanstalt (Taf. IV. Fig. 90—92) enthält in der Mitte einen 12 F. breiten Raum zur Aufnahme der den Tag über zu verarbeitenden Schliege, mit einem Trockenherd versehen, um im Winter die Schliege auf 4° R. zu erwärmen, weil sich sonst in den Lösegefässen Chlorhydrat bilden könnte. Hinter diesem Raum befindet sich das Laboratorium mit einem kleinen Flammofen, Tiegelschmelzöfen und einem Sandbad zum Verbrennen der Filter, Auskochen der Asche etc. Zu beiden Seiten des Schliegraumes liegt je eine Laugstube *A* von 32 F. Länge und 20 F. Breite mit den Gasentwicklungsherden B. *a* Chlorgasentwicklungsgefässe, jedes mit einer in die gemeinschaftliche Esse *b* mündenden Feuerung. c Kessel zum An-

1) v. COTTA, Erzlagerst. II, 229. — Schles. Wochenschrift. 1859. Nr. 44.

wärmen von Wasser im Winter auf 20° R. behuf Benetzung der Schliege; *d* Laugetöpfe, in jeder langen Reihe 8, in den kurzen 4. Je 4 derselben bilden eine Batterie und zwischen jeder Batterie befindet sich ein Durchgang *e* zum Herde *B*. Die Töpfe *d* (Fig. 92) bestehen aus gutem Thon und sind mit einem eisernen Reifen *x* umlegt, welcher 2 Zapfen *w* hat, an welchen die Töpfe behuf der Entleerung umgekippt werden können. Ein freiwilliges Umkippen derselben wird durch hinten und vorn um den Topf halbkreisförmig vorgelegte Riegel *y* vermieden. Das konische Ende *z* des Topfes hat eine Oeffnung und wo dasselbe beginnt, liegt ein Thonsieb. Ein hölzerner verpichter Deckel mit einer kleinen runden Oeffnung verschliesst den Topf. Die Thontöpfe *a* (Fig. 90) zur Chlorgasentwicklung haben einen 25 Pfd. schweren Bleideckel mit einer rechteckigen Oeffnung zum Einbringen des Materials und eine runde zur Aufnahme des bleiernen Gasleitungsrohres *f*,, welches bis auf die Sohle eines Waschtopfes *g* führt.

Hinter jeder Laugstube liegt ein 34 F. langes Fäll- und Filtrirzimmer *D* mit Sandbädern, auf deren jedem 20 Fällgefässe (gewöhnliche Säureballons) stehen. Vor dem Sandbade zieht sich ein kleiner Canal hin, über welchen beim Filtriren die Filtrirschüsseln gestellt werden und der die abfliessende Filtrirflüssigkeit in einige mit Sägespänen gefüllte Sümpfe führt. Ausserdem enthält noch jeder dieser Räume 10 Schwefelwasserstoffflaschen, 10 Glasheber, 2—3 Bleiheber und 10 Ständer zum Aufstellen der Filtrirschüsseln, sowie ein höheres Stativ nebst Kübel und Bleiheber zum Einfüllen der Lauge in die Ballons.

Die Manipulationen selbst werden in folgender Weise ausgeführt: Morgens 5 Uhr wird der konische Theil der Töpfe *a* mit Quarzstückchen ausgefüllt, der Siebboden eingelegt und dann 24 Töpfe bis zu 2 Z. unter den Rand mit schwach angefeuchtetem, im Winter erwärmten Schlieg, und zwar jeder Topf mit 1½ Ctr., versehen. Sodann setzt man die Gasentwicklungsflaschen mit ihrem Deckel ein, lutirt diesen mit Mehlteig, führt die ebenfalls verschmierten Gasleitungsröhren nach dem Waschapparat, thut in jedes Gasentwicklungsgefäss 13 Pfd. Salzsäure, 7 Pfd. mit gleichem

Theilen Wasser verdünnte Schwefelsäure und, sobald die Gasentwicklung beginnen soll, 7 Pfd. Braunstein, worauf man die Eintrageöffnung ebenfalls verschliesst und das Sandbad heizt. Es erzeugt sich neben Chlor Manganchlorür, aus welchem die Schwefelsäure auch noch Chlor austreibt.

Nachdem eine Stunde lang Chlor durch die Gefässe *d* gestrichen ist, verschliesst man diese mit dem Deckel und beobachtet von Zeit zu Zeit, ob das unten eingeleitete Chlor sich oberhalb des Schlieges zeigt, was man an dem Rauchen eines mit Ammoniak benetzten Glasstabes ersieht, welcher vor die runde Oeffnung gehalten wird. Nach 6–7 Stunden ist das Imprägniren beendigt und die mit Mehlteig gut lutirten Töpfe bleiben bis zum andern Tag verschlossen stehen, an welchem dann die Chloration in den 24 Töpfen der andern Stube beginnt, während man die ersten 24 auslaugt. Man nimmt zu diesem Zweck die Deckel ab, setzt auf die Töpfe *d* ein geflochtenes Körbchen *h* (Fig. 91), stellt den Laugekübel *i* von 12 Quart Inhalt unter und giesst rasch Wasser von 14–20° R. auf, damit dasselbe das freie Chlor absorbiren und nochmals mit durch die Masse nehmen kann. Kochendes Wasser würde wenig Chlor absorbiren und mehr fremde Salze lösen. Man hört mit dem Laugen auf, sobald man 4 Kübel, also von den 36 Ctrn. der 24 Gefässe etwa 96 Cbfss. Lauge hat.

Bei den zwei ersten Kübeln werden in dieselben Glascylinder eingesetzt, weil das Goldchlorid aus concentrirter Lösung vom Holze eingesogen wird und eine Zersetzung erleidet. Die fast goldfreie Lauge des vierten Kübels giesst man am nächsten Tage wieder mit auf, die übrige wird im Fällzimmer mittelst Bleihebers in die auf dem Sandbade stehenden Glasballons übergezogen, während die Töpfe durch Umdrehen entleert werden Man leitet in die auf 20° R. erwärmte Flüssigkeit Schwefelwasserstoffgas, aus feingepochtem Bleistein und heisser, mit gleichen Theilen Wasser verdünnter Schwefelsäure entwickelt, wobei zunächst das Chlor mit Lebhaftigkeit ausgetrieben, dann das Gold als Schwefelgold gefällt wird, bis die Lauge vollständig schwarz erscheint. Unter Erwärmen bleibt der Niederschlag bis zum andern Tag stehen, wo er sich dann vollständig abgesetzt hat und

gut filtrirt. Würde man Metalle zum Fällen des Goldes nehmen, so würde letzteres durch das freie Chlor wieder aufgelöst werden oder eine zu grosse Verdünnung der Lauge eintreten, wenn man durch Einleiten von Wasserdampf das Chlor austreiben wollte. Behuf des Filtrirens zieht man die klare Flüssigkeit aus jedem Ballon mittelst eines am untern Ende mit einem Korke mehr oder weniger verschliessbaren Glashebers langsam auf ein Papierfilter über, welches in durchlöcherten Thonschüsseln liegt, und leitet das Durchgehende in mit Sägespänen gefüllte Sümpfe zur Absorption durchgegangenen Schwefelgoldes, während am andern Morgen die Niederschläge in den Ballons zusammengespült und auf die einzelnen Filter gegossen werden. Die in den Hebern anhaftenden Schwefelgoldtheilchen lassen sich durch etwas Chlorwasser leicht weglösen. Sind nach 16 Tagen 320 Filter mit Schwefelgold erhalten, so werden sie nach dem Trocknen in 4 grossen Schalen verkohlt, mit Königswasser ausgekocht, ausgewaschen, die Lösung in Glascylinder filtrirt, die Filter später nochmals ausgekocht und aus der Lösung das Gold durch Eisenvitriol ausgeschieden.

Die 4 Goldfällungen bringt man auf 2 Filter, wäscht sie erst mit verdünnter reiner Salzsäure, dann mit Wasser gut aus, verkohlt die Filter, wenn 8 derselben zusammen sind, und schmilzt das Gold mit Borax und Salpeter in hessischen Tiegeln ein. Der Boden des Schmelztiegels wird zerstampft und mit einem Handsichertroge kleine Goldkörnchen daraus ausgewaschen. Damit durch das Springen des Tiegels keine Verluste entstehen, steht derselbe in einem von der Feuerung getrennten Raum und wird nur von der Flamme des Brennstoffs umspielt. Nach 2stündigem Feuer lässt sich ein Stück Gold von mehreren Pfunden innerhalb $^1/_4$ Stunde schmelzen.

Man verarbeitet täglich 36, jährlich etwa 10,000 Ctr. Schliege mit durchschnittlich $^1/_{18}$ Lth. Gold im Ctr. Bei einem Verbrauch von 500 Ctr. Salzsäure, 150 Ctr. Schwefelsäure und 250 Ctr. Braunstein beträgt die Jahresproduction 20—21 Pfd. Gold im Werthe von 8—9000 Thlr., während die Betriebskosten sich zu 5—6000 Thlr. berechnen.

Im Winter pflegt das Ausbringen vollständiger, als im Sommer zu sein, weil in letzterem das Chlor leichter Chlorwasserstoff bildet, welches bei Anwesenheit von Schwefelmetallen Schwefelwasserstoff erzeugt, wodurch Gold geschwefelt wird.

Da die alten Halden aufgearbeitet sind, so ist die Fabrik eingestellt worden, weil die jährliche Production des Arsenikwerks von 1000—1500 Ctr. Abbränden bei der Verarbeitung die Zinsen des Anlagecapitals nicht deckt.

[Sch]emnitz b) Zu Schemnitz[1]) hat man versucht, aus güldischen Rohlechen nach der Ziervogel'schen Methode das Silber auszuziehen (S. 281) und aus den Rückständen davon das Gold nach PLATTNER's Methode zu gewinnen. Dieselben enthielten 3.000 $\bar{S}i$, 78.080 $\bar{F}e$, 15.730 bas. $\bar{F}e\ \bar{S}$, 2.780 $\bar{S}b$, 0.120 $\dot{A}g\ \ddot{\bar{S}}b$, 0.036 Ag S, 0.030 Ag, 0.012 Au, Spr. Cu.

Der angewandte Apparat (Taf. IV. Fig. 93, 94) hat folgende Einrichtung: *A* Chlorentwicklungsapparat von Gusseisen, an der Seite mit einem Ansatzrohre *a* zum Reinigen; *B* bleierner Hut, mittelst Flanchen und Schrauben an *A* befestigt, mit 3 Ansatzröhren und zwar *b* zum Eintragen der Beschickung, *c* für das Schwefelsäurezuleitungsrohr *d* und *e* zur Aufnahme des Chlorgasableitungsrohres *f*. Das Chlorgas tritt zunächst in das Waschgefäss *C*, dann in den Recipienten *D* und von hier durch 2 Röhren *g* in die Auslaugegefässe *E* von Steinzeug. Von den 4 Gefässen stehen je 2 in einem auf einer erhöhten Bühne angebrachten hölzernen Kasten *F*; die Zwischenräume sind mit Sand fest ausgestampft. Das mit einer Oeffnung versehene untere Ende der Gefässe *E* ist 2 Z. hoch mit Quarzstücken gefüllt und auf denselben befindet sich ein Thondeckel *h* mit einem Abzugrohr *i*. Die getrockneten und zur Zerstörung basischer Eisensalze schwach geglühten Rückstände werden etwas angefeuchtet, in Quantitäten von 6 Ctrn. in jedes Thongefäss eingetragen und Chlor durch die Bodenröhre *k* hindurchgeleitet, wobei man anfangs das Rohr *i* im Deckel so lange offen erhält, bis sich daraus entweichendes Chlorgas deutlich kundgibt. Man schliesst dann die Röhre *i* mit einem Thon-

1) NEUMANN, die Extraction etc. 1863. S. 66.

ropf und lässt das Chlor 12 Stunden einwirken. Dann ugt man die chlorirte Post mit warmem Wasser nach der erdrängungsmethode aus und lässt, nachdem das Chlorzuitungsrohr weggenommen, die Goldlauge durch die Bodenbre *k* mittelst eines Trichters *l* in grosse gläserne Flaschen ab, in welchen das Gold durch Eisenvitriollösung gefällt ird. Man zieht die Lauge mittelst eines Hebers ab, samelt den Goldniederschlag, wäscht denselben aus und schmilzt n getrocknet mit Borax und Salpeter in einem hessischen iegel. Die Lauge, in einem Bottich gesammelt und über isen geleitet, gibt noch etwas goldhaltiges Cementkupfer. ie Rückstände, mit Kalk eingebunden, kommen zum Erzhmelzen (S. 73).

Der Goldabgang betrug 18,21%.

CALVERT's Methode.

c) CALVERT's Verfahren für goldhaltigen Quarz. Wie bereits (S. 371) bemerkt, beruht dasselbe in er Entwicklung von Chlorgas in der Erzmasse selbst, weil asselbe im statu nascenti das Gold am stärksten angreifen oll. Noch zeichnet sich dieses Verfahren durch Wohlfeileit, gleichzeitig zulässige Silber- und Kupfergewinnung und Inschädlichkeit für die Arbeiter aus. Das Gemenge von eingepulvertem Quarz mit 1% Braunstein thut man in verchliessbare Bottiche mit durchlöchertem Boden, auf welchem ich eine Lage Reisig und darüber etwas Stroh befindet, ügt Salzsäure hinzu und lässt das durch diese entwickelte Chlor etwa 12 Stunden auf das Erz wirken. Hierauf fügt nan so viel Wasser hinzu, dass der Raum zwischen Haupt- und Losboden mit Flüssigkeit angefüllt ist, welche nan wiederholt auf das Erz aufgiesst. Dann zapft man sie n Gefässe ab, fällt daraus zunächst das Kupfer durch Eisen, reibt durch Erhitzen der Lösung das überschüssige Chlor us und schlägt das Gold durch Eisenvitriol nieder. Bei inem gleichzeitigen Silbergehalt entwickelt man das Chlor us Kochsalz, Braunstein und Schwefelsäure, indem man rstere in dem Verhältniss von 6 Thln. Kochsalz und 3 Thln. Braunstein dem Erz beimengt. Das gebildete Chlorilber löst sich dann in der Kochsalzlauge auf und kann lurch Kupfer daraus gefällt werden, dann das Kupfer durch Eisen und zuletzt das Gold durch Eisenvitriol.

Theorie.

§. 109. **Chloration gold- und silberhaltiger Geschicke und gleichzeitige Extraction von Gold und Silber.** Beim Rösten einer Gold und Silber enthaltenden Substanz mit Kochsalz bildet sich neben Chlorsilber nach PLATTNER [1]) Goldchlorid, Au Cl^3, welches noch weit unter der Glühhitze (bei 200° C) unter Abgabe von 2 At Chlor in Chlorür, Au Cl, übergeht und dann letzteres bei etwa 240° C in Chlor und metallisches Gold zerfällt. Diese leichte Zersetzbarkeit des Chlorgoldes soll ein Hauptgrund sein, weshalb man bei der Amalgamation (S. 228) und Kochsalzlaugerei (S. 261) von Silbererzen das Gold nur unvollständig ausbringt. Nach JANIKOVITS [2]) gelingt die Chloration sicherer, wenn man das Erz etc. erst für sich mit Wasserdampf todt und dann bei niedriger Temperatur chlorirend röstet. Nach RÖSZNER [3]) (S. 228) dagegen bildet sich bei einem solchen chlorirenden Rösten Goldoxydnatron-Chlornatrium, $\dot{A}u\,\dot{N}a + Na\,Cl$, welches von Kochsalzlauge wenig aufgelöst und von Quecksilber nicht zerlegt wird, sich also weder nach AUGUSTIN's Methode, noch durch Amalgamation ausbringen lässt. Dagegen ist dieses Salz, sowie gleichzeitig vorhandenes Chlorsilber in unterschwefligsauren Salzen und in einem Gemisch von kalter Chlornatriumlauge und Chlorwasser mehr oder weniger löslich, so dass gemeinschaftlich Gold und Silber ausgezogen werden können. Nach neueren Untersuchungen von Max v. LILL [4]) soll sich jedoch beim Rösten, was auch KISS annimmt, nach dem von PLATTNER angegebenen Vorgange Goldchlorür erzeugen, welches mit unterschwefligsauren Salzen (Natron, Kalk) ein lösliches Doppelsalz von unterschwefligsaurem Goldoxydul-Natron (nach FORDOS und GEHLIS $= \dot{A}u\,\ddot{S} + 3\,\dot{N}a\,\ddot{S}$) bildet. Damit sich aus dem Goldchlorür, Au Cl, beim Rösten kein metallisches Gold ausscheidet, darf in der letzten Periode desselben die Temperatur nicht zu sehr gesteigert werden und es muss überschüssiges, aus Kochsalz und leichtzersetzbaren

1) PLATTNER's Röstprozesse. 1856. S. 274.
2) Oestr. Ztschr. 1860. Nr. 30.
3) Oestr. Ztschr. 1863. S. 211.
4) Oestr. Ztschr. 1865. S. 49.

schwefelsauren Metalloxyden sich entwickelndes Chlor vorhanden sein. Vor der Behandlung des Röstgutes mit unterschwefligsauren Salzen empfiehlt sich ein Auslaugen desselben mit Wasser, wie KISS es thut, nicht, weil das Goldchlorür in heissem Wasser sich sogleich in Chlorid und metallisches Gold zerlegt, in kaltem Wasser zwar unlöslich ist, aber davon im Dunkeln eine Zersetzung auch langsam erleidet.

Kiss' Method

Wie bereits mehrfach bemerkt, hat KISS (S. 299) seine Gold- und Silbergewinnungsmethode auf die Löslichkeit des Chlorsilbers und Goldchlorürs in unterschwefligsaurer Kalklauge basirt, hinsichtlich des Metallausbringens aber nicht befriedigende Resultate erhalten. Dagegen haben die Methoden von PATERA [1]) und RÖSZNER [2]), die chlorirend geröstete Substanz mit chlorgesättigter Kochsalzlösung zu behandeln, bei Versuchen günstigere Resultate gegeben und eine vielversprechende Zukunft. Silbererze von Arany-Idka gaben nach diesem Verfahren versuchsweise behandelt 98,94% Ag bei Rückständen mit 0,002 und 0,005 Münzpfd. Halt, das ganze Kupfer und fast den ganzen Goldgehalt. Gegen die bestehende Amalgamation (S. 242) hatte man bei den Extractionsversuchen von 100 Ctrn. Erz einen Reingewinn von 75 Fl. 47 Kr.

Methode von PATERA und RÖSZNER.

PATERA's Verfahren.

PATERA behandelt Erze etc. mit einer kalten chlorgesättigten Kochsalzlösung, wobei Silber und Gold chlorirt und gleichzeitig in Lösung versetzt werden. Auch kann eine Röstung mit Kochsalz vorangehen.

RÖSZNER's Methode.

RÖSZNER röstet die Erze etc. mit Kochsalz, extrahirt den grössten Theil des Silbers aus dem Röstgut nach AUGUSTIN's Methode mit heisser concentrirter Kochsalzlauge und behandelt die Rückstände abwechselnd mit kalter chlorgesättigter Kochsalzlösung und heisser concentrirter Kochsalzlauge zur Ausziehung des Goldes und des noch rückständigen Silbers, fällt aus den heissen Laugen beide Metalle durch Kupfer, cupellirt das Cementmetall und scheidet das Gold aus dem erhaltenen güldischen Silber in gewöhnlicher Weise. Bei Versuchen mit Arany-Idkaer

1) Oestr. Ztschr. 1863. S. 165.
2) Oestr. Ztschr. 1863. Nr. 25, 40.

Erzen, deren Goldwerth nur 22 Neukreuzer pr. Ctr. be
wurden der Amalgamation gegenüber nach diesem V
ren aus 100 Ctr. Erzen 70 Pfd. Kupfer, 0,71875 Mü
Silber und 0,03281 Münzpfd. Feingold mehr ausgebracht
wie erwähnt, ein um 75 Fl. 47 Kr. höherer Gewinn e

Anwendbarkeit.

§. 110. Schwefelsäurelaugerei. Dieses Verf
gestattet für Blei, Kupfer, Gold und Silber enthaltende
das beste Ausbringen, für welche die übrigen Methode
vortheilhaft sind.

Verfahren.

Die Erze werden, wenn sie hinrei
schwefelhaltig sind, unter Gewinnung von Schwefel
todtgeröstet oder zuvor auf einen Stein verschmolzen
dieser völlig abgeröstet, aus dem Röstgute durch verd
Schwefelsäure (S. 303) Kupfer und Eisen ausgezoge
der Gold, Silber- und Blei enthaltende Rückstand ent
verbleit oder bei fehlendem Bleigehalt das Silb
Kochhitze durch concentrirte Schwefelsäure ausge
und durch Kupfer oder Kochsalz gefällt, dann der g
tige Rückstand mit Königswasser behandelt und das
durch Eisenvitriol niedergeschlagen (II. 430). Bei fehl
Silber- und Bleigehalt kann der Rückstand von der S
felsäureextraction direct mit Königswasser behandelt w
ALLAIN und BARTENBACH [1]) haben auf diese Weise
von Chessy mit Vortheil entgoldet und STETEFELDT [2]) s
ein ähnliches Verfahren für die Blei, Wismuth, Kupfe
Gold enthaltenden Coloradoerze vor. Ein ähnlicher P
findet für silberhaltige Kupfersteine in Freiberg (S
und für gold- und silberhaltige Schwarzkupfer am
und Unterharze (S. 314) statt.

Verarbeitung von Tellurerzen.

Nach LÖWE [3]) werden die Tellurgolderze S
bürgens, nachdem sie mittelst verdünnter Salzsäure
den kohlensauren Salzen befreit worden, nach und n
die 3fache Menge concentrirter Schwefelsäure einget
welche in einem eisernen Kessel allmälig zum K
erhitzt wird, bis keine schweflige Säure mehr entw

1) Dingl., Bd 153, S. 33. — Polyt. Centr. 1859, S. 109.
2) B. u. h. Ztg. 1864 S. 384.
3) Erdm. J. f. pr. Chem. Bd. 60 S. 163. — Otto-Graham's C
1863. II. 390.

Erzen, deren Goldwerth nur 22 Neukreuzer pr. Ctr. beträgt, wurden der Amalgamation gegenüber nach diesem Verfahren aus 100 Ctr. Erzen 70 Pfd. Kupfer, 0,71875 Münzpfd. Silber und 0,03281 Münzpfd. Feingold mehr ausgebracht und, wie erwähnt, ein um 75 Fl. 47 Kr. höherer Gewinn erzielt.

Anwendbarkeit.

§. 110. **Schwefelsäurelaugerei.** Dieses Verfahren gestattet für Blei, Kupfer, Gold und Silber enthaltende Erze das beste Ausbringen, für welche die übrigen Methoden unvortheilhaft sind.

Verfahren.

Die Erze werden, wenn sie hinreichend schwefelhaltig sind, unter Gewinnung von Schwefelsäure todtgeröstet oder zuvor auf einen Stein verschmolzen und dieser völlig abgeröstet, aus dem Röstgute durch verdünnte Schwefelsäure (S. 303) Kupfer und Eisen ausgezogen und der Gold, Silber- und Blei enthaltende Rückstand entweder verbleit oder bei fehlendem Bleigehalt das Silber in Kochhitze durch concentrirte Schwefelsäure ausgezogen und durch Kupfer oder Kochsalz gefällt, dann der goldhaltige Rückstand mit Königswasser behandelt und das Gold durch Eisenvitriol niedergeschlagen (II. 430). Bei fehlendem Silber- und Bleigehalt kann der Rückstand von der Schwefelsäureextraction direct mit Königswasser behandelt werden. Allain und Bartenbach [1]) haben auf diese Weise Kiese von Chessy mit Vortheil entgoldet und Stetefeldt [2]) schlägt ein ähnliches Verfahren für die Blei, Wismuth, Kupfer und Gold enthaltenden Coloradoerze vor. Ein ähnlicher Prozess findet für silberhaltige Kupfersteine in Freiberg (S. 308) und für gold- und silberhaltige Schwarzkupfer am Ober- und Unterharze (S. 314) statt.

Verarbeitung v. Tellurerzen.

Nach Löwe [3]) werden die Tellurgolderze Siebenbürgens, nachdem sie mittelst verdünnter Salzsäure von den kohlensauren Salzen befreit worden, nach und nach in die 3fache Menge concentrirter Schwefelsäure eingetragen, welche in einem eisernen Kessel allmälig zum Kochen erhitzt wird, bis keine schweflige Säure mehr entweicht

1) Dingl., Bd. 155. S. 53. — Polyt. Centr. 1859. S. 109.
2) B. u. h. Ztg. 1864. S. 384.
3) Erdm. J. f. pr. Chem. Bd. 60. S. 163. — Otto-Graham's Chemie. 1863. II, 530.

Man giesst die Masse in einen mit salzsäurehaltigem Wasser gefüllten Bleikasten, in welchem sich neben dem ungelösten Gold Chlorsilber niederschlägt, während sich tellurige Säure löst und durch Zink daraus Tellur gefällt wird. Der gold- und silberhaltige Rückstand kann durch Verbleien zugutegemacht werden.

II. Abtheilung.

Scheidung des Goldes vom Silber (Affination).

Vorbereitung der Legirung f. d. Scheidung.

§. 111. Allgemeines. Bei dem steten Zusammenvorkommen des Goldes und Silbers erfolgt bei Zugutemachung der Erze silberhaltiges Gold oder goldhaltiges Silber, von welchem vor weiterer Scheidung andere verunreinigende Metalle (Kupfer, Blei, Wismuth etc.) durch Feinbrennen (S. 205), Feinschmelzen (S. 217) etc. entfernt werden. Hierdurch können aber Osmiridium, Palladium, Platin etc. nicht weggeschafft werden, sondern es bedarf dazu einer passenden Modification des Goldscheidungsverfahrens.

Ein Platingehalt[1]), bei der Goldprobe (S. 334) zu erkennen, trägt zur Steigerung des Silberrückhaltes bei. Iridium und Osmiridium (S. 334), nicht selten im sibirischen, californischen und australischen Golde, vermindern den Werth des Goldes, ertheilen ihm schlechte Eigenschaften, namentlich mindern Glanz und grosse Härte, in Folge dessen beim Walzen der Goldzaine und beim Prägen der Münzen die Maschinen sehr leiden. Das Osmiridium findet sich nicht legirt, sondern in Form kleiner Körner oder Blättchen im Golde, die an Münzen und Schmucksachen Fehlstellen geben.

Goldscheidungsmethod.

Die Scheidung des Goldes vom Silber geschieht kaum noch auf trocknem Wege, zumeist mittelst Schwefelsäure auf nassem Wege.

1) Bgwfd. XII, 5.

ERSTER ABSCHNITT.

Goldscheidung auf trocknem Wege.

Mängel dieser Methode.

§. 112. Allgemeines. Die hierher gehörigen Methoden gestatten nur eine unvollkommene Trennung des Goldes vom Silber und dürften nur noch an wenigen Orten in Anwendung sein.

Es gehört hierher die Scheidung durch Grauspiessglanz (durch Guss und Fluss), durch Glätte und Schwefel und durch Cementation.

Theorie.

§. 113. Goldscheidung durch Grauspiessglanz.[1] Dieselbe beruht auf der geringeren Verwandtschaft des Schwefels und auf der grösseren Affinität des Antimons zum Golde. 1 Theil der granulirten, mindestens 50% Gold enthaltenden Legirung wird mit 2 Theilen Grauspiessglanz, $Sb S^3$, im Kohlentiegel in Fluss gebracht und dann in eiserne,

Verfahren

mit Fett ausgestrichene Formen gegossen. Dabei sondert sich zu unterst eine Verbindung von Gold und Antimon und darüber eine aus Schwefelantimon, Schwefelsilber und Antimongold bestehende Verbindung (Plachmal, Plagma) ab.

Der Antimonkönig wird unter der Muffel oder vor dem Gebläse erhitzt, wobei das Antimon wegraucht, das zurückbleibende Gold aber durch Schmelzen mit 1/2 Borax, 1/4 Salpeter und 1/4 Glaspulver gereinigt.

Das Plachmal wird so oft umgeschmolzen, als sich Antimongold ausscheidet, dann durch Zersetzung mit Glätte oder Eisen auf Silber weiter verarbeitet.

Anwendbarkeit dieses Prozesses.

§. 114. Goldscheidung durch Glätte und Schwefel (Pfannenschmied'scher Prozess). Dieser Prozess war früher z. B. zu Oker am Unterharze[2]) und zu Kremnitz[3]) in Anwendung und diente zur Anreicherung des Goldes im Blicksilber, um dasselbe für die Scheidung durch Salpetersäure (Quartation) tauglich zu machen. Beim

1) Erdm., J. f. ök. u. techn. Chem. VI, 174. — Karst., Met. V. 668.
2) Erdm., J. f. pr. Chem. IX, 74.
3) Lamp., 1 Suppl. S. 105. — Prechtl, Encykl. XII, 293.

nenschmelzen der Legirung mit 1/8 Schwefel bildet
hwefelsilber, während das Gold metallisch in der
zertheilt bleibt.

urch Aufstreuen von Glätte (auf jede Mark Silber Verfahren.
Loth) auf die geschmolzene Masse entsteht unter
; von Schwefelblei metallisches Silber, welches zu
sinkt und dabei das Gold aufnimmt. In dem gül-
Silber wird durch wiederholtes Behandeln mit
el und Glätte der Goldgehalt bis auf 1/4 angereichert
nn die Scheidung mit Salpetersäure vorgenommen,
n die auch Blei enthaltenden Könige feingebrannt
. Die noch Gold enthaltende Schwefelung (Plachmal),
nehrmaliges Aufstreuen von Glätte völlig entgoldet,
urch Eisen (25%) in der Schmelzhitze entschwefelt
s hierbei erfolgende silberreiche Blei abgetrieben.

115. **Goldscheidung durch Cementation.** Diese Anwendbarkeit dieser Methode.
e wurde in älteren Zeiten, bevor man des Scheide-
sich bediente (1350), allgemein angewandt, um Gold
lber beinahe zu trennen. Gegenwärtig benutzt man
Verfahren wohl, um mit Silber stark legirtem Golde
hlich das Ansehen des feinsten Goldes zu geben.

n erhitzt die zu dünnem Blech ausgewalzte Legirung Verfahren.
nentirpulver 12—18 Stunden lang bei einer nicht bis
chmelzen gesteigerten Temperatur. Ein gutes Ce-
ulver besteht nach PHILIPP [1]) aus 1 Kochsalz, 1 Alaun,
nirtem Eisenvitriol und 3 Ziegelmehl. In der Hitze
ie Schwefelsäure aus dem Eisenvitriol und dem Alaun
ieben, welche dann aus dem Kochsalz Chlor frei macht.
verbindet sich mit dem Silber zu Chlorsilber, während
ld nicht angegriffen wird. Das Ziegelmehl dient zur
zerung und Vermehrung des Volumens. Nach der
ung der Gefässe wird das Cementirpulver, welches das
lber enthält, von den Blechen entfernt und letztere
usgekocht. Das Chlorsilber dringt in die Masse des
pulvers ein und verbindet sich wahrscheinlich mit
lornatrium zu einem Doppelsalz, in Folge dessen

fd. VIII. 398; XIV, 535. — B. u. h. Ztg. 1845. S. 347. —
ю., XXXII, 99. — DINGL., Bd. 119. S. 157.

die Oberfläche der Legirung immer blank bleibt, so dass das Gas auf dieselbe unaufhörlich einwirken kann.

BOUSSINGAULT's Untersuchungen.

Nach BOUSSINGAULT[1]) gelingt die Cementation nur vollständig bei Zutritt von Luft und Anwesenheit von Wasserdampf, wo sich dann Chlorwasserstoffgas bildet, welches unter Abscheidung von Wasserstoffgas das Silber verchlort.

Nach demselben[2]) war die Cementation noch vor 30 Jahren in der Münze zu Santa Fe in Neugranada im Gebrauche.

ZWEITER ABSCHNITT.

Goldscheidung auf nassem Wege.

Vorzüge des nassen Weges.

§. 116. Allgemeines. Der nasse Weg ist vollkommener, einfacher und wohlfeiler, als der trockene. Die Scheidung kann mittelst Salpetersäure, Schwefelsäure oder Königswassers geschehen.

Erstes Kapitel.

Goldscheidung mit Salpetersäure [Quartation].[3])

Theorie.

§. 117. Allgemeines. Bei einem gewissen Verhältniss zwischen Silber und Gold löst sich ersteres in Salpetersäure auf, während letzteres nicht angegriffen wird. Das durch langjährigen Gebrauch sanctionirte Legirungsverhältniss von 3 Theilen Silber auf 1 Theil Gold ist nach CHAUDET[4]) und KANDELHARDT kein unabänderliches und naturnothwendiges, indem man nach denselben zweckmässiger verfährt, wenn man statt 3 Theilen Silber nur $2\frac{1}{2}$ Theile nimmt. Bei diesem

1) ERDM., J. f. pr. Chem. II, 155.
2) Ibid. S. 156.
3) PRECHTL, techn. Encykl. XII, 293.
4) Die Probirkunst, ein unentbehrliches Handbuch für Münzwardeine etc. Nach CHAUDET, l'art de l'essayeur, deutsch von C. HARTMANN. Weimar 1838.

'erhältniss bleibt im Gold weniger Silber zurück, als bei em alten von 3 : 1. Je grösser die Menge Silber im Ver-ältniss zum Golde genommen wurde, desto weniger konnte as zurückbleibende Gold silberfrei erhalten werden.

Nach PETTENKOFER[1]) gelingt die Trennung der beiden [etalle noch gut, wenn auf 1 Theil Gold nicht mehr als $^3/_4$ Theile Silber vorhanden sind, wenn man nur die Concentration der Säure gehörig berücksichtigt und hinreichend inge kocht. Je mehr die Menge des Silbers gegen die des łoldes steigt, je feiner mithin das Gold in der Legirung ertheilt ist, desto mehr Silber bleibt bei dem Golde zurück, relches weder durch die concentrirte Salpetersäure, noch iurch langes Kochen entfernt werden kann.

Eine an Gold zu reiche Legirung muss mit Silber zu-iammengeschmolzen werden; ist sie zu goldarm, so bedarf's einer Concentration des Goldgehaltes, wozu man sich früher, z. B. zu Oker, des Pfannenschmied'schen Prozesses (S. 382) bediente.

Verfahren.

Die richtig zusammengesetzte Legirung wird granulirt und in gläsernen, mit Helm und Vorlage versehenen Kolben in der Wärme mit Salpetersäure behandelt, das zurückbleibende staubförmige Gold ausgesüsst, getrocknet und mit Borax und Salpeter im hessischen Tiegel eingeschmolzen. Die Silberlösung dampft man nach dem Abdestilliren der Salpetersäure zur Trockne, glüht die trockne Masse und schmilzt das Silber ein. Auch zerlegt man wohl das salpetersaure Silberoxyd durch Kupfer.

Diese Methode, welche früher z. B. zu Oker[2]) und zu Kremnitz[3]) in Anwendung war, ist wegen der kostspieligen Salpetersäure weniger vortheilhaft, umständlich und das Operiren in Glasgefässen unangenehm. Dieselbe ist deshalb von der folgenden (S. 387) fast ganz verdrängt und wird meist nur noch beim Probiren goldhaltigen Silbers

1) Bgwfd. XII, 6.
2) ERDM., J. f. pr. Ch. IX, 74.
3) LAMPAD., Handb. II. Theil. 2. Bd. S. 144. I. Suppl. S. 105.

[in der Münze zu Philadelphia[1]) vor Kurzem auch noch im Grossen] angewandt.

Nach NEWTON[2]) lässt sich bei silberarmem Golde, mit welchem eine bedeutende Menge Silber zusammengeschmolzen werden müsste, die Quartation dadurch umgehen, dass man die Legirung mit Königswasser behandelt, welches aus einer Mischung von Natronsalpeter, Schwefelsäure und Kochsalz erzeugt wird. Dabei geht Gold in Lösung und Chlorsilber bleibt zurück. Ersteres wird durch Eisenvitriol metallisch ausgeschieden und das Gemenge von metallischem Gold und Chlorsilber mit Schwefelsäure und Zink behandelt, wobei sich das Chlorsilber in metallisches Silber verwandelt. Aus dem Gemenge von Silber und Gold zieht man ersteres durch Salpetersäure aus. Oder man schmilzt das silberhaltige Gold mit dem 2—3fachen Zink zusammen, rührt um und granulirt die Legirung. Hierauf behandelt man sie zur Entfernung des Zinks in hölzernen, mit Blei gefütterten Gefässen mit verdünnter Schwefelsäure, wäscht das zurückbleibende silberhaltige feinzertheilte Gold und Silber mit Wasser aus und löst das Silber durch Schwefelsäure oder Salpetersäure weg.

Nach JOHNSON[3]) scheidet man aus brasilianischem Palladgold das Gold dadurch aus, dass man ersteres mit 2½ Theilen Silber zusammenschmilzt und die granulirte Legirung mit Salpetersäure behandelt, wobei Silber und Palladium in Lösung gehen, das Gold aber ungelöst zurückbleibt.

PETRIE[4]) hat die Quartation durch zweckmässig (terrassenförmig) aufgestellte Apparate und Anwendung des galvanischen Stromes beim Ausfällen des Silbers wesentlich verbessert.

1) Polyt. Centr. 1855. S. 275.
2) Bgwfd. XV, 749. — B. u. h. Ztg. 1852. S. 880.
3) ERDM., J. f. pr. Ch. XI, 309. — LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 102.
4) Polyt. Centr. 1853. S. 1244.

Zweites Kapitel.

Goldscheidung mit Schwefelsäure (Affiniren).

Theorie.

§. 118. **Allgemeines.** Dieses Verfahren[1], von SCHRAUBERT in Moskau vorgeschlagen und von d'ARCET im Jahre 1802 zuerst in Platingefässen ausgeführt, beruht auf der Unlöslichkeit des Goldes und der Löslichkeit des Silbers in kochender concentrirter Schwefelsäure. Dasselbe empfiehlt sich vor der Quartation mittelst Salpetersäure durch grössere Einfachheit, Wohlfeilheit und besonders durch den Umstand, dass man mittelst desselben Legirungen von fast jedem Goldgehalte scheiden kann. Es kommt bei Ausführung der einzelnen Manipulationen nur auf grosse Genauigkeit und Pünktlichkeit an, um möglichst wenig Verlust an edlen Metallen, an Material und Zeit zu erleiden.

Vortheilhaftigkeit dieses Verfahrens

§. 119. **Beschaffenheit der zum Affiniren tauglichen Legirungen.**

PETTENKOFER's Erfah

Nach PETTENKOFER[2]) wird das Gold am feinsten, wenn das Scheidegut in 16 Theilen nicht viel mehr als 4 und nicht viel weniger als 3 Theile Gold, das übrige Silber und Kupfer enthält.

Steigt der Goldgehalt über 4 Theile, so erschweren mechanische Gründe die vollständige Affinirung; das Gold bleibt zu dicht, die Schwefelsäure kann das ganze Scheidegut nicht mehr gehörig durchdringen und die letzten Silberantheile nicht vollständig wegnehmen. Sinkt der Goldgehalt in 16 Theilen auf 1—$1/_2$ Theil, so erfolgt auch kein feines Gold nach der Erfahrung: je weiter die Menge des Goldes in einem Scheideproducte unter die erfahrungsmässig ausgemittelte Grenze sinkt, desto weniger vollständig kann mittelst Schwefelsäure das Gold vom Silber befreit werden. Das Silber muss wenigstens $5/_8$ der Legirung ausmachen. In

---

1) PRECHTL, techn. Encykl. XII, 293. — ERDM., J. f. pr. Ch. IX, 49. — ERDM., J. f. ök. u. techn. Ch. I, 29, 128, 490. 505; IV, 410. — HARTM., Repertor. II, 638.

2) DINGL., Bd. 104. S. 118. — Bgwfd. XII, 3.

der Petersburger Münze hat man das Verhältniss von 1 Au : $2^1/_2$ Ag für die Einwirkung der Schwefelsäure wirksamer gefunden, als das von 1 : 3. $^1/_{1000}$—$^1/_{2000}$ und weniger Gold ist oft noch scheidewürdig.[1]) Die in der Münchener Münze mit Vortheil geschiedenen Kronenthaler enthalten $^7/_{10000}$ Gold in der rauhen Mark.[2]) In Freiberg scheidet man Legirungen mit 0,04—0,08 % Au bei 7—8 Ngr. Scheidekosten pro Pfd. güldisches Silber, in der Wiener Münze noch Silber mit $^1/_4$ Grän Gold pro Mark oder mit nahe $^9/_{10000}$ Gold. Altes französisches Silbergeld enthielt $^1/_{2000}$ Gold.[3]) Im Allgemeinen lösen sich die Legirungen um so leichter und in desto geringerer Säuremenge, je weniger Kupfer und je mehr Silber sie enthalten. Ein Bleigehalt erschwert ebenfalls das Auflösen. Ein Gehalt von $^{75}/_{1000}$ Kupfer und höchstens $^1/_4$ % Blei sollen der Scheidung nicht hinderlich sein.

bereitung Legirungen Scheidung.

Blei- und kupferreichere Legirungen müssen deshalb zuvor von diesen Metallen gereinigt werden, und kann dies geschehen:

ch Feinschmelzen.

1) Durch das sogenannte Feinschmelzen mit Salpeter[4]), wobei die genannten Metalle verschlackt werden. Man wendet dieses Verfahren mit Vortheil nur bei Legirungen an, deren Feingehalt nicht unter 10 Loth ($^{625}/_{1000}$) und deren Goldgehalt nicht über 6 Grän pro Mark ($^{21}/_{1000}$) beträgt, weil im ersteren Falle wegen der erforderlichen bedeutenden Salpetermenge die Schmelztiegel leicht durchgehen, im zweiten Falle bei mehr Gold die Schlacke leicht goldhaltig wird, wie neuerdings auch von PETTENKOFER[5]) nachgewiesen ist.

Man rechnet erfahrungsmässig auf 100 Theile Kupfer 48 Theile Salpeter, wobei sich eine Feine von 15 Loth 10 Gr. — 15 Loth 12 Grän Silber pro Mark ($^{973}/_{1000}$—$^{979}/_{1000}$) Legirung erreichen lässt.

---

1) LAMPADIUS in ERDM. J. f. pr. Ch. XII, 406.
2) Bgwfd. II, 139; XII, 3.
3) SCHUBARTH, techn. Chem. 1851. II, 353.
4) ERDM., J. f. pr. Ch. I, 245. — DUMAS, angew. Chem. IV, 453.
5) Bgwfd. XIII, 176.

Das Verpuffen und Einschmelzen der Legirung mit Salpeter geschieht in einem hessischen Tiegel, der in einem Graphittiegel steht. Die Schlacken werden entweder mit einem durchlöcherten Löffel abgeschöpft oder von dem erstarrten Silberkönig getrennt, während sie noch weich sind. Durch Umschmelzen derselben mit $^1/_3$ Potasche erhält man noch etwas Silber.

In der Petersburger Münze [1]) hat ein oxydirendes Schmelzen des Silbers im Flammofen bessere Resultate ergeben, als das Feinen mit Salpeter.

Durch Glühen und Behandeln mit Schwefelsäure.

2) Durch Glühen und Behandeln mit verdünnter Schwefelsäure.[2]) Kupferreiche Legirungen werden granulirt, in einem Flammofen geglüht, um das Kupfer oberflächlich zu oxydiren, und die Granalien in bleiernen Gefässen mit verdünnter Schwefelsäure digerirt, wobei sich das Kupferoxyd auflöst. Der Prozess muss öfters wiederholt werden, um das Silber auf die beabsichtigte Feine zu bringen. Man erspart bei diesem Verfahren bedeutend an Schwefelsäure, weil zur Auflösung des metallischen Kupfers mehr Säure erforderlich ist, als zur Lösung von Kupferoxyd. Zwar oxydirt sich bei dem Glühen auch etwas Silber, allein dieses löst sich nicht eher auf, bis alles Kupferoxyd in Lösung gegangen ist.

Durch Feinbrennen.

3) Durch Feinbrennen (S. 201), welcher Operation besonders bleiische Hüttensilber unterworfen werden (Oker am Unterharz). Mit dem Raffiniren in einem Sumpfflammofen mit Herd aus 3 Thln. Holz- und 1 Thl. Knochenasche verbindet man das Zusammenschmelzen der Legirung in der Petersburger Münze mit so viel Silber, dass auf 1 Thl. Gold $2^1/_2$ Theile Silber kommen.

Rostaing's Zerklein.

4) Nach Mascazzini [3]) durch Zerkleinerung der Legirung mittelst Rostaing's Apparat [4]), Behandlung mit schwefelsaurem Quecksilberoxyd und Wasser in durch Dampf er-

1) Oestr. Ztschr. 1857. S. 205.

2) Dumas, angew. Ch. IV, 455. — Karst., Met. V. 117. — Schubarth, tech. Chem. 1851. II, 334.

[3]) [illegible] 161. S. 43.

[4]) [illegible] 1860. S. 216; 1863. S. 168.

hitzten Steinzeuggefässen, wobei Cu, Sn, Sb etc. in Lösung gehen. Der Rückstand wird wiederholt gewaschen, gelinde erhitzt und mit Borax und Salpeter geschmolzen. Dieses Verfahren, einfacher als die Cupellation, hat weniger Silberverlust durch Verflüchtigung ergeben.

[Op]erationen. §. 120. **Operationen beim Affiniren.** Bei der Scheidung des Goldes vom Silber können nachfolgende Operationen vorkommen:

[Zer]kleinen d. [L]egirung. A. Das Zerkleinen der Legirung durch Zerschlagen in Stücke oder durch Granuliren (Oker), um die Auflösung in Säure zu beschleunigen. Das Einschmelzen des Silbers zu letzterem Zwecke geschieht entweder in Tiegeln von Graphit (Oker) oder von Schmiedeeisen (POIZAT's Goldscheidung in Paris) oder in Flammöfen (Petersburger Münze). Gusseiserne Tiegel werden allmälig porös und rauben Silber. Das geschmolzene Silber giesst man in dünnem Strahl in einen kupfernen Kessel mit doppeltem Boden, in welchem kaltes Wasser mittelst eines Stabes in kreisender Bewegung gehalten wird. Die entstehenden Granalien fallen durch ein Loch im Boden des inneren Kessels in den äusseren und behindern dadurch das Umrühren des Wassers nicht. Die herausgenommenen Granalien werden alsdann getrocknet.

NEWTON [1]) bringt das silberhaltige Gold dadurch in einen sehr zerkleinten Zustand, dass er dasselbe mit dem 2—3fachen Zink zusammenschmilzt, die Mischung granulirt und mit verdünnter Schwefelsäure behandelt, wobei das silberhaltige Gold in fein zertheiltem pulverigen Zustande zurückbleibt.

[Sch]eiden mit [Sch]wefelsäure. B. Das Auflösen der zerkleinten Legirung mittelst erhitzter concentrirter Schwefelsäure in Gefässen von Platin (München), Gold (Wien), Gusseisen (Wien, München, Kremnitz, Petersburg, Frankfurt, Hamburg etc.) oder Porzellan (Oker). Bei Anwendung von verdünnter Schwefelsäure würde die Arbeit verzögert und bei gleichzeitiger Anwendung von Platinkesseln die Gefahr entstehen, dass bei einem Bleigehalte der

1) Bgwfd. XV, 672.

Legirung sich schwefelsaures Bleioxyd absetzte und Löcher erzeugte. Schwache, aus den Bleikammern entnommene Säure enthält fast immer Salzsäure und Stickstoffverbindungen, welche ebenfalls das Platin angreifen. Gusseisenkessel werden von concentrirter Säure wenig angegriffen.

Zur Auflösung von 1 Aeq. Silber sind 2 Aeq. concentrirte Schwefelsäure erforderlich, von denen 1 Aeq. zur Oxydation des Silbers und das andere zur Aufnahme des gebildeten Silberoxydes dient ($Ag + 2\,\dddot{S}\dot{H} = \dot{A}g\dddot{S} + 2\,\dot{H} + \ddot{S}$). Demgemäss gehen auf 100 Theile Silber 90 Theile Schwefelsäurehydrat. Man wendet jedoch in der Wirklichkeit stets mehr Säure (das 2–2½fache vom Silber) an, um die erzeugten breiartigen schwefelsauren Salze, welche durch Umhüllung der Legirung deren Auflösung behindern, aufzunehmen. Diese in den Mutterlaugen sich später wiederfindende überschüssige Säure wird entweder durch Concentration zur Wiederanwendung beim Lösungsprozess tauglich gemacht (Wien) oder durch Sättigung mit dem betreffenden Metalloxyd (Kupferoxyd) zur Darstellung von Vitriolen benutzt (Oker).

Producte der Scheidung.

Bei diesem Lösungsprozess erfolgen nachstehende Producte:

Gold.

1) Gold, welches sich im Lösegefäss zu unterst als Pulver oder Staub absetzt. Dasselbe wird gewöhnlich entweder in dem Lösegefässe oder in einem kleineren Gefässe aus Platin, Gold oder Eisen noch zu verschiedenen Malen so lange mit concentrirter Säure gekocht, bis dasselbe die gehörige Feine erhalten hat. Das Gold hält indessen die letzten Antheile Silber (bis 2½–3%) sehr hartnäckig zurück, und es trägt nach PETTENKOFER [1]) eine geringe Beimischung von Platin sehr viel zur Steigerung des Silberrückhaltes bei. Aus Kronenthalern abgeschiedenes Gold rückte nach PETTENKOFER [2]) bis zu einem Feingehalte von 958–960 Tausendstel mit Leichtigkeit vor; von da ab war viel Schwefelsäure und ein anhaltendes Kochen erforderlich, um den

Auskochen mit Schwefelsäure.

1) Bgwfd. XII, 5.
2) Bgwfd. XII, 4; XIII, 180 (Anmerkung).

Feingehalt noch 6—10 Tausendstel höher zu bringen. Nach 14maligem Auskochen war die Feine nur auf 970 Tausendstel gekommen und die Analyse des Goldes ergab 97,0 Au, 2,8 Ag und 0,2 Pt.

Schmelzen mit saurem schwefelsauren Kali.

Nach PETTENKOFER [1]) lassen sich, und die Erfahrung hat solches vollkommen bestätigt, die im Golde noch enthaltenen letzten 2—3% Silber — welches weder beim Kochen mit Schwefelsäure ausgezogen, noch durch Eisenchloridlösung angegriffen, noch in Berührung mit schmelzendem Schwefel in Schwefelsilber verwandelt wird — durch Schmelzen mit saurem schwefelsauren Kali oder Natron in Silbervitriol verwandeln, welcher durch Aussüssen vom Golde getrennt werden kann. Das Natronsalz hat Vorzüge vor dem Kalisalze, weil es billiger ist, ein kleineres Aequivalentgewicht hat und im Wasser sich leichter löst. Das Verfahren bei diesem Schmelzen etc. ist folgendes: das getrocknete pulverige Scheidegold mit bis 4% und mehr Silber wird mit $\frac{1}{4}$ seines Gewichtes reinem calcinirten Glaubersalz mittelst eines eisernen Spatels gemengt, auf das Gemenge in einem kleinen gusseisernen Kessel 6—$6\frac{1}{2}$ Theile concentrirte Schwefelsäure auf 10 Theile Glaubersalz portionsweise zugegossen und der Kessel nach dem Zugiessen der ersten Säureportion so stark erhitzt, dass die Masse in Fluss kommt. Entweichen keine schwefelsauren Dämpfe mehr und wird die mit dem eisernen Spatel öfters umgerührte Masse, welche durch Verdampfung der Schwefelsäure wieder neutrales Natronsalz enthält, trocken, so wird sie vom Feuer genommen und zur vollständigen Oxydation des Silbers mit soviel Schwefelsäure übergossen, als das erste Mal, aber nur so lange erhitzt, bis etwa die Hälfte des Salzes in neutrales verwandelt ist. Dann kocht man die Masse noch mit einer grösseren Quantität Schwefelsäure, wobei sowohl Natron-, als Silbersalz sich auflösen, giesst die Lösung vom Golde ab und wäscht dieses wie gewöhnlich mit Wasser aus. Das einmal so behandelte Gold zeigt nach dem Schmelzen mit Salpeter einen Feingehalt von $\frac{994}{1000}$, welcher durch die

1) Bgwfd. XII, 4; XIII, 180 (Anmerkung).

zweite Behandlung auf 998—999 Tausendstel steigt. Eine Verunreinigung des Kupfervitriols durch Glaubersalz ist nicht zu befürchten.[1])

Das zu Oker erfolgende Scheidegold wurde früher durch 7—8maliges Auskochen mit Schwefelsäure auf einen Feingehalt von 23 Kar. 8 Grän in der Mark[2]) = 986 Tausendtheilen gebracht. Schmolz man das Scheidegold mit saurem schwefelsauren Natron, dem man etwas Schwefelsäure zusetzte, bei Rothglühhitze in einem mit Draht umsponnenen und in einen hessischen Tiegel gestellten Porzellantiegel zusammen und wässerte die Masse mittelst mit etwas Schwefelsäure angesäuerten, heissen Wassers aus, so zeigte das getrocknete und mit etwas Salpeter und Borax umgeschmolzene Gold einen Feingehalt von 23 Kar. 10 Grän = $^{993}/_{1000}$. Jetzt kocht man dasselbe nur 2mal mit Schwefelsäure aus, schmilzt es nach dem Aussüssen in hessischen Tiegeln mit etwas Borax zusammen und gibt es mit einem Gehalt ab, der nicht unter 900 Taus. gehen darf. Es wird dann das Gold nach dem Feingehalt bezahlt und somit durch Erzielung eines minderen Feingehaltes an Arbeit und Säure gespart.

Feinschmelzen mit Salpeter und Borax.

Erfahrungsmässig erhält man bei der Scheidung nie ein Gold, welches sich nach dem üblichen Probirverfahren fein zeigt oder das die nöthige Weichheit und Dehnbarkeit besitzt, wenn man das Scheidegold nicht mit Salpeter in Thon- oder Graphittiegeln schmilzt. Zur Herabsetzung der Kosten für Tiegel und des unvermeidlichen Metallverlustes durch die Verzettlung und das grössere Schlackenquantum geschieht in der Petersburger Münze das Einschmelzen des Goldes in einem kleinen Flammofen mit Sumpf. Bei der Flüchtigkeit des Goldes (I. 97) empfiehlt es sich, dessen Oberfläche beim Einschmelzen mit einer Lage Holzkohlen oder Knochenmehl bedeckt zu halten. Nach NAPIER's Untersuchung[3]) des Rauchabsatzes vom Schmelzen edler Metalle sind die durch Verflüchtigung entstehenden Verluste grösser,

1) Bgwfd. XIII, 180.
2) 1 Mark = ½ Pfd. = 24. Karat à 12 Grän.
3) B. u. h. Ztg. 1860. S. 496.

Feingehalt noch 6—10 Tausendstel höher zu bringen. Nach 14maligem Auskochen war die Feine nur auf 970 Tausendstel gekommen und die Analyse des Goldes ergab 97,0 Au, 2,8 Ag und 0,2 Pt.

melzen mit ·em schwe· ıuren Kali.

Nach PETTENKOFER[1]) lassen sich, und die Erfahrung hat solches vollkommen bestätigt, die im Golde noch enthaltenen letzten 2—3% Silber — welches weder beim Kochen mit Schwefelsäure ausgezogen, noch durch Eisenchloridlösung angegriffen, noch in Berührung mit schmelzendem Schwefel in Schwefelsilber verwandelt wird — durch Schmelzen mit saurem schwefelsauren Kali oder Natron in Silbervitriol verwandeln, welcher durch Aussüssen vom Golde getrennt werden kann. Das Natronsalz hat Vorzüge vor dem Kalisalze, weil es billiger ist, ein kleineres Aequivalentgewicht hat und im Wasser sich leichter löst. Das Verfahren bei diesem Schmelzen etc. ist folgendes: das getrocknete pulverige Scheidegold mit bis 4% und mehr Silber wird mit ¼ seines Gewichtes reinem calcinirten Glaubersalz mittelst eines eisernen Spatels gemengt, auf das Gemenge in einem kleinen gusseisernen Kessel 6—6½ Theile concentrirte Schwefelsäure auf 10 Theile Glaubersalz portionsweise zugegossen und der Kessel nach dem Zugiessen der ersten Säureportion so stark erhitzt, dass die Masse in Fluss kommt. Entweichen keine schwefelsauren Dämpfe mehr und wird die mit dem eisernen Spatel öfters umgerührte Masse, welche durch Verdampfung der Schwefelsäure wieder neutrales Natronsalz enthält, trocken, so wird sie vom Feuer genommen und zur vollständigen Oxydation des Silbers mit soviel Schwefelsäure übergossen, als das erste Mal, aber nur so lange erhitzt, bis etwa die Hälfte des Salzes in neutrales verwandelt ist. Dann kocht man die Masse noch mit einer grösseren Quantität Schwefelsäure, wobei sowohl Natron-, als Silbersalz sich auflösen, giesst die Lösung vom Golde ab und wäscht dieses wie gewöhnlich mit Wasser aus. Das einmal so behandelte Gold zeigt nach dem Schmelzen mit Salpeter einen Feingehalt von $\frac{994}{1000}$, welcher durch die

1) Bgwfd. XII, 4; XIII, 180 (Anmerkung).

zweite Behandlung auf 998—999 Tausendstel steigt. Eine Verunreinigung des Kupfervitriols durch Glaubersalz ist nicht zu befürchten.[1])

Das zu Oker erfolgende Scheidegold wurde früher durch 7—8maliges Auskochen mit Schwefelsäure auf einen Feingehalt von 23 Kar. 8 Grän in der Mark[2]) = 986 Tausendtheilen gebracht. Schmolz man das Scheidegold mit saurem schwefelsauren Natron, dem man etwas Schwefelsäure zusetzte, bei Rothglühhitze in einem mit Draht umsponnenen und in einen hessischen Tiegel gestellten Porzellantiegel zusammen und wässerte die Masse mittelst mit etwas Schwefelsäure angesäuerten, heissen Wassers aus, so zeigte das getrocknete und mit etwas Salpeter und Borax umgeschmolzene Gold einen Feingehalt von 23 Kar. 10 Grän = $^{993}/_{1000}$. Jetzt kocht man dasselbe nur 2mal mit Schwefelsäure aus, schmilzt es nach dem Aussüssen in hessischen Tiegeln mit etwas Borax zusammen und gibt es mit einem Gehalt ab, der nicht unter 900 Taus. gehen darf. Es wird dann das Gold nach dem Feingehalt bezahlt und somit durch Erzielung eines minderen Feingehaltes an Arbeit und Säure gespart.

Feinschmelzen mit Salpeter und Borax.

Erfahrungsmässig erhält man bei der Scheidung nie ein Gold, welches sich nach dem üblichen Probirverfahren fein zeigt oder das die nöthige Weichheit und Dehnbarkeit besitzt, wenn man das Scheidegold nicht mit Salpeter in Thon- oder Graphittiegeln schmilzt. Zur Herabsetzung der Kosten für Tiegel und des unvermeidlichen Metallverlustes durch die Verzettlung und das grössere Schlackenquantum geschieht in der Petersburger Münze das Einschmelzen des Goldes in einem kleinen Flammofen mit Sumpf. Bei der Flüchtigkeit des Goldes (I. 97) empfiehlt es sich, dessen Oberfläche beim Einschmelzen mit einer Lage Holzkohlen oder Knochenmehl bedeckt zu halten. Nach NAPIER's Untersuchung[3]) des Rauchabsatzes vom Schmelzen edler Metalle sind die durch Verflüchtigung entstehenden Verluste grösser,

1) Bgwfd. XIII, 180.
2) 1 Mark = $^1/_2$ Pfd. = 24. Karat à 12 Grän.
3) B. u. h. Ztg. 1860. S. 496.

als im letzteren. Je höher die zähe Schlackenschicht ist, desto mehr wird das Niedersinken der Goldkörnchen erschwert. Zuweilen bildet sich an der Unterseite der Schlacken dadurch eine aus feinen Körnern regulinischen Goldes bestehende Goldhaut, dass, nachdem die Temperatur schon unter den Schmelzpunct des Goldes gesunken ist, in der Schlacke noch fortwährend Goldkörnchen niedersinken, welche weder unter sich, noch mit dem Golde zusammenschmelzen können (Das Aufziehen des Goldes durch die Schlacken). Da bei Schmelzungen kleiner Partien Gold die Schlacke verhältnissmässig dünnflüssiger wird, so hält sie auch weniger Goldkörnchen zurück. Man könnte zwar auch grössere Schlackenmassen durch anhaltendes Erhitzen in gehörigen Fluss bringen, allein es würde dadurch leicht ein Zerfressen (Durchgehen) der Tiegel durch das anwesende Kali herbeigeführt werden.

Mit dem Silbergehalte der Schlacken verhält es sich umgekehrt. Die im Scheidegolde noch enthaltenen Silbertheilchen bleiben vermöge ihres geringen specifischen Gewichtes und ihrer feinen Vertheilung gern mit etwas Gold in den Schlacken suspendirt und gehen um so langsamer in den Metallkönig ein, je dünnflüssiger die Schlacke ist. Daher bleibt bei kleinen Proben, wo sich wegen Dünnflüssigkeit der Schlacke die silberhaltigen Goldkörnchen mit dem Regulus vereinigen können, die Schmelzung im Feingehalte immer hinter grösseren Schmelzungen ein und desselben Scheidegoldes, wo die Schlacken sogenanntes aufgezogenes Gold enthalten, um 1—2 Tausendstel zurück.

Zur Ausziehung des Gold- und Platingehaltes aus den Schlacken empfiehlt PETTENKOFER, dieselben mit Wasser zu einem dünnen Brei aufzuweichen, diesen mit 2 Theilen Bleiglätte, 1 Theile Weinstein, 4 Theilen Soda und 2 Theilen Glaspulver auf 8 Theile trockne Schlacken innig zu mengen, das Ganze in einem eisernen oder kupfernen Kessel zu trocknen und in einem vorher glühend gemachten Tiegel einzuschmelzen. Das erfolgende Werkblei wird abgetrieben, das dabei resultirende Blicksilber granulirt und in einer mit Vorlage versehenen Glasretorte mit Königswasser behandelt. Nach beendigter Auflösung treibt man durch wei-

teres Erhitzen der Retorte die Salpetersäure aus, filtrirt Chlorsilber und Chlorblei ab und fällt aus dem erwärmten Filtrate das Gold durch Eisenvitriollösung, welches nach gehörigem Auswaschen und Trocknen mit etwas Salpeter im hessischen Tiegel zusammengeschmolzen wird. Die zurückbleibende, Platin enthaltende Lösung wird mit Eisen erwärmt, die dadurch ausgefällten Metalle mit Salpetersäure gekocht, der aus Platin bestehende Rückstand in Königswasser gelöst und aus dieser Lösung das Platin in bekannter Weise durch Salmiak etc. gewonnen (München).

Weniger als dieser theilweise trockene Weg empfiehlt sich der nasse Weg allein zur Ausziehung des Goldes und Platins.[1])

Abscheidung v. Osmiridium.

Beim Umschmelzen eines Osmirid enthaltenden Goldes geht ersteres wegen seines grossen specifischen Gewichtes zu Boden. Auf Grund dieses Verhaltens wird in der Münze zu Philadelphia[2]) und New-York[3]) californisches Gold, welches etwa 1 Tausendtheil Osmirid enthält, zur Verringerung des specifischen Gewichtes mit 2—3 Thln. Silber zusammengeschmolzen, wobei eine Goldsilber-Legirung von 12—13 spec. Gew. entsteht, aus welcher sich, nachdem gehörig umgerührt, das Osmirid mit 19 spec. Gew. nach einiger Zeit der Ruhe absetzt. Man schöpft den Inhalt des Tiegels, um Granalien zu bilden, etwa bis zu 1 Zoll aus, schmilzt den rückständigen, an Osmirid reicheren Klumpen (4—5 Kil.) wiederholt mit Silber ein, wobei das Osmirid sich immer mehr anreichert, fügt bei den letzten 4—5 Schmelzen jedes Mal 30 Kil. Silber zu, rührt um, lässt einige Minuten stehen, schöpft soviel aus, dass abermals 5 Kil. zurückbleiben, aus denen das Silber durch Schwefelsäure ausgezogen und das ausgeschiedene Gold von dem Osmirid durch Schlämmen abgeschieden wird. Da sich durch den Osmiridgehalt das Affiniren vertheuert, so wird solches Gold zu einem geringeren Werthe angenommen.[4])

---

1) Bgwfd. XIII, 185.
2) Ann. d. min. 5 sér. VI, 518. — Polyt. Centr. 1855. S. 278, 1180.
3) B. u. h. Ztg. 1862. S. 256.
4) Oestr. Ztschr. 1857. S. 211.

In der Petersburger Münze[1]) wird das Osmirid enthaltende Gold von BOGOSLOWK in einem grossen Graphittiegel eingeschmolzen und das Gold vom zu Boden gegangenen Osmirid vorsichtig bis auf 1—1½ Z. über den Tiegelboden ausgeschöpft. Die etwa 5 Pfd. schweren Klumpen von mehreren Schmelzungen werden in einem kleineren Graphittiegel mit engem Boden abermals eingeschmolzen, nach dem Erkalten des Metallkegels der untere Theil abgehauen und mittelst Königswassers das an dem unlöslichen Osmirid anhaftende wenige Gold weggelöst.

Zur Zugutemachung des Gold, Silber und Osmirid enthaltenden Gekrätzes von der Verarbeitung des californischen und australischen Goldes schmilzt man dasselbe mit einem reducirenden, solvirenden und Glätte enthaltenden Flussmittel auf Werkblei, welches beim Abtreiben eine Legirung gibt, bei deren Silberabscheidung Osmirid beim Golde bleibt. Besser gelingt die Trennung nach d'HENNIN[2]) durch Zusammenschmelzen von 12,5 Thl. Gekrätz mit 15 schwarzem Fluss, 14 Kreide, 2,5—3 arsensaurem Natron, 20 Borax und Kohle, Glätte und Weinstein. Man erhält dabei gold- und silberhaltiges Blei und darüber einen eisengrauen Klumpen, welcher Arsen, Eisen und Osmirid enthält, sich vom Blei leicht trennen und cupelliren lässt.

Abscheidung von Palladium. Palladium[3]) lässt sich aus silberhaltigem Gold mittelst Salpetersäure scheiden (S. 386).

Silbervitriol. 2) Schwefelsaures Silberoxyd, in Schwefelsäure gelöst, welches noch heiss aus dem Lösungsgefässe von dem zu Boden gegangenen Golde vorsichtig entweder mit den Händen (Oker) oder in einem Kippapparat gewöhnlich in eine Bleipfanne (Oker) oder in gusseiserne Kessel (Petersburger Münze) abgegossen oder mittelst Löffeln übergeschöpft (Kremnitz, Paris, Hamburg etc.), in Wasser gelöst und durch Kupfer zerlegt wird.

Schweflige Säure. 3) Schweflige Säure, durch Oxydation des Silbers auf Kosten der Schwefelsäure gebildet. Man lässt dieselbe

1) Oestr. Ztschr. 1857. S. 206.
2) Polyt. Centr. 1855. S. 1069. — Oestr. Ztschr. 1857. S. 211.
3) Polyt. Centr. 1853. S. 1127.

ntweder in einem gut ziehenden Schlot ins Freie entweichen (Oker, München), wobei man wohl gleichzeitig Wasserdampf zuführt (Frankfurt) oder leitet sie in Schwefelsäurekammern (Wien, Paris) oder lässt dieselbe von Kalkbrei, Wasser etc. absorbiren.

C. Die Gewinnung des Silbers aus dem Silbervitriol. Dabei kommen folgende einzelne Operationen vor: Silberfällung

1) Das Auflösen des Silbervitriols in Wasser. Der zu einer breiigen krystallinischen Masse erstarrte Silbervitriol wird mit eisernen Spaten ausgestochen und in bleierne mit heissem Wasser gefüllte Fällpfannen gethan, wenn nicht etwa der Silbervitriol direct aus den Lösungsgefässen in die mit heissem Wasser gefüllten Fällpfannen übergeschöpft worden ist. Nach Mitscherlich löst sich 1 Theil schwefelsaures Silberoxyd in 88 Theilen kochenden Wassers. Nachdem unter fortwährendem Umrühren mit einem hölzernen Spaten der Vitriol in Lösung gegangen, beginnt man

2) das Ausfällen des Silbers durch in die Lösung eingehängte Kupferblechstreifen unter fortwährendem Umrühren und Erhitzen derselben. Der stöchiometrischen Rechnung zufolge bedürfen 100 Theile Silber zur Fällung 29 Theile Kupfer und diese geben 115 Theile krystallisirten Kupfervitriol ($\dot{C}u\dddot{S} + 5\dot{H}$). Ein Silbergehalt der Kupferstreifen kann hierbei mitgewonnen werden.

Am schnellsten geht die Ausfällung des Silbers, wenn die Lauge ein specifisches Gewicht von 25° B. hat; bei einer Concentration über 28° B. wird die Fällung des Silbers unvollkommen, es entsteht in der Lösung ein eigenthümliches Flimmern von sich ausscheidenden Silbervitriolkryställchen und es wird dann ein Wasserzusatz erforderlich. Gibt eine ausgeschöpfte Probe bei Zusatz von Kochsalzlösung keinen Niederschlag von Chlorsilber mehr, so ist der Prozess beendigt. Man nimmt die Kupferstreifen weg, lässt sich das Silber zu Boden setzen und zieht die Kupfervitriol enthaltende Lauge mittelst eines bleiernen Hebers vom Silber ab.

Das Erhitzen der Fällpfanne geschieht meist durch directe Feuerung und pflegt erstere dann auf starken eisernen

Trägern oder auf einer Eisenplatte zu stehen. In neuerer Zeit hat man sich sowohl beim Fällen, als auch beim Vitriolsieden des Wasserdampfs bedient, welcher entweder direct in die Laugen geleitet oder in einem Schlangenrohr darin umhergeführt wird [Frankfurt[1]), München[2])]. Diese Heizungsmethode ist weniger kostspielig, geht schneller und es ist niemals ein Durchschmelzen der bleiernen Böden zu fürchten. Die Bleipfannen werden ohne Zinnloth, am zweckmässigsten mittelst der Wasserstoffgasflamme zusammengelöthet.[3])

Aussüssen des Fällsilbers.

3) Das Aussüssen des Fällsilbers. Das Fällsilber wird gewöhnlich in einem kupfernen Siebe, welches in einem zweiten mit Leinwand, Papier etc. bedeckten Siebe steht, mit heissem Wasser so lange ausgewaschen, bis Blutlaugensalz in dem nicht mehr sauer reagirenden Aussüsswasser eine Reaction auf Kupfer nicht mehr hervorbringt. Grössere Silberknollen werden wohl vor dem Auslaugen in einem, in warmem Wasser stehenden Siebe zerdrückt, mittelst einer steifen Bürste und Bewegen des Siebes im Wasser durch dasselbe hindurch getrieben und dann aufs Auslaugesieb gethan.

Pressen und Trocknen des Fällsilbers.

4) Das Pressen und Trocknen des ausgesüssten Fällsilbers. Um die Zeit des Trocknens des Fällsilbers abzukürzen und ein Hinwegreissen von Silbertheilchen durch den Wasserdampf möglichst zu vermeiden, wird das Fällsilber zwischen Leinwand mittelst einer Schraubenvorrichtung (Oker) oder mittelst hydraulischen Druckes (Frankfurt) zusammengepresst und die erfolgenden Kuchen auf einer erhitzten Eisenplatte (Oker) oder in eigenen mit Dampfheizung versehenen Kammern (Frankfurt) oder in einem Flammofen mit eiserner Herdplatte (Wien) getrocknet.

Einschmelzen des Fällsilbers.

5) Das Einschmelzen des Fällsilbers. Das Einschmelzen des Silbers geschieht gewöhnlich mit etwas Sal-

1) Bgwfd. XII, 41.
2) Bgwfd. XII, 3.
3) Richmond's Methode: Dingl., Bd. 77. S. 33. — Bgwfd. III, 301. Karmarsch's Apparat: Mitth. d. Hannov. Gew.-Ver. 1852. Hft. 5. S. 251. — Roessler's Apparat: Bgwfd. XII, 43.

peter, behuf Entfernung vorhandenen Kupfers, in feuerfesten irdenen oder in gusseisernen Tiegeln.[1]) Letztere gewähren grössere Sicherheit in Betreff des Durchgehens und eine Ersparung an Zeit und Kosten. Zu Oker werden gusseiserne Tiegel, wenn sie neu sind, stark ausgeglüht, weil sie sonst leichter schmelzen, und dadurch haltbarer gemacht, dass man um dieselben im kalten Zustande heisse eiserne Reife legt. Da sie in Folge ihrer Porosität Silber einsaugen, so wird in ihnen, wenn sie rissig geworden und zu weiteren Silberschmelzungen nicht mehr tauglich sind, Blei eingeschmolzen, welches das Silber aufnimmt und durch die Risse hindurch in ein mit Gestübbe ausgeschlagenes untergesetztes Gefäss rinnt. Auch sind schmiedeeiserne Tiegel empfohlen worden[2]); dieselben blättern sich nach SCHAFHÄUTL[3]) bei wiederholtem Erhitzen leicht auf, wenn sie aus Puddeleisen hergestellt sind, nicht aber solche aus Holzkohlenherdeisen.

Das Abziehen der kupferhaltigen Schlacke von dem geschmolzenen Metall lässt sich durch Aufstreuen von Ziegelmehl erleichtern. Ist das Silber bleihaltig und raucht nach dem Abziehen der Schlacke, so wirft man wohl auf die geschmolzene Oberfläche 1 Theil Salpeter und kurz darauf 2 Theile Borax und 1 Theil Ziegelmehl. Bei sehr grossem Bleigehalte thut man an den Rand des Tiegels eine Lage von 2 Theilen Knochenmehl und 1 Theil ausgelaugter Holzasche, so dass in der Mitte eine Oeffnung bleibt. Dieser Rand, welcher das gebildete Bleioxyd einsaugt, muss öfters umgerührt und erneuert werden, bis das Rauchen der Metalloberfläche aufhört. Das Silber zeigt beim Schmelzen ein eigenthümliches, Verluste nach sich ziehendes Sprudeln, welches man bislang noch nicht hat beseitigen können. Während des Schmelzens ist der Deckel ohne Noth nicht aufzuheben, um möglichst wenig Silberverlust durch Verflüchtigung herbeizuführen. Das Silber wird mittelst eines mit einer Zange gefassten Graphittiegels oder eines thonbeschlagenen eisernen Löffels in eiserne, vorher erwärmte und

1) B. u. h. Ztg. 1843. S. 406.
2) DINGL., Bd. 127. S. 36. — B. u. h. Ztg. 1853. S. 455.
3) B. u. h. Ztg. 1864. S. 274.

mit Lehm ausgestrichene oder mit Gestübbe ausgeschlagene Formen übergeschöpft, welche mit einem Deckel versehen werden können.

Schmelzproducte. Feinsilber.

Die Producte von dieser Arbeit sind demnach folgende:

1) Feinsilber mit einem Silbergehalt von 15 Loth bis 15 Loth 17 Grän (938—997 Tausendthl.). Nach BARRUEL[1]) erhielt Silber durch eine Beimengung von $^1/_{6000}$ fremder Substanzen, nämlich 0,0035 % Eisen, 0,002 % Kobalt und 0,0005% Nickel, eine bedeutende Härte.

Kupfervitriolhaltige Laugen.

2) Kupfervitriol und freie Schwefelsäure enthaltende Lauge. Diese Lauge wird entweder mit kupferhaltigen Producten (z. B. Kupferglühspan) gesättigt und auf Kupfervitriol versotten (Oker, Frankfurt) oder direct auf diesen Vitriol, den man sorgfältig wäscht oder nochmals umkrystallisirt, verarbeitet und die dabei erfolgende sehr saure Mutterlauge zuerst in einer Bleipfanne bis 58° B. und dann in einem Platinkessel (München) oder einem gusseisernen Kessel (Wien) bis 66° B. concentrirt und wieder zum Lösen von Silbergranalien verwendet. Bei Anwendung eines eisernen Kessels zum Concentriren ist dieser mit einem bleiernen Helm zu versehen, welcher das verdampfende Wasser abführt, so dass dasselbe mit den Kesselwänden nicht in Berührung kommt.

Gekrätz.

3) Gekrätz und zwar

a) Schlacken vom Silberschmelzen. Dieselben werden am zweckmässigsten gestossen, eingemengte Silberkörner ausgeklaubt und dann der Rest mit Potasche auf einen König verschmolzen, der nach dem Abtreiben mit den Ausklaubekörnern beim Silberschmelzen zugesetzt wird.

b) Tiegelkrätz, beim Abreiben der Silberansätze von den Tiegelstücken mittelst eines scharfen Eisens entstehend, die Schlacken vom Silberschlackenschmelzen, die verwaschenen silberreicheren Krätzen vom Feinbrennen etc. werden gemeinschaftlich entweder blos mit Borax und Salpeter, oder zugleich mit Bleiglätte und Glas auf einen Regulus verschmolzen, der zum Abtreiben kommt.

c) Ofenkrätz und Kehrigt, die Kohlen vom Fein-

---

1) POGG., LXXXVIII, 176.

brennen, der Testmergel, der Fegedreck, die Asche aus den Aschenfällen, das Verwaschene von den zerkleinten Muffelscherben etc. wird zerkleint, verwaschen, auch wohl durch Setzen separirt und das Metallreichere zum Tiegelkrätz gegeben, das Aermere aber mit Glätte und Schlacken in einem Krummofen auf Werkblei verschmolzen, welches dann abgetrieben wird.

I. Goldscheidung in Platingefässen.

Geschichtliches.

§. 121. Allgemeines. Die Kunst des Affinirens verdankt der Anwendung von Platingefässen [1]) die grossen Fortschritte, welche sie in Frankreich, namentlich durch d'ARCET gemacht hat. Dieselben widerstehen der Einwirkung heisser concentrirter Schwefelsäure vollkommen, sind aber kostspielig herzustellen und zu repariren, nutzen sich durch Reibung der Granalien an ihren Wänden nicht unbedeutend ab [2]) und müssen sehr subtil behandelt werden. In dem Augenblick, wo das Gold als feines Pulver in Berührung mit Platin dem Einfluss der kochenden Säure ausgesetzt ist, backt dasselbe leicht fest an und lässt sich nur bei grosser Uebung mittelst verdünnten Königswassers weglösen, wenn gelinde Schläge von aussen nicht wirksam sind

Vorsichtsmassregeln.

Vor Allem muss man die Berührung des Platins mit Zinn und Blei vermeiden, weil sich diese Metalle bei der Temperatur der kochenden Schwefelsäure leicht damit legiren. Gewöhnlich setzt man die Platingefässe in gusseiserne Gefässe oder eiserne Gerüste. Es sind zur Zeit die theuren Platinkessel nur noch wenig in Anwendung und fast allgemein durch gusseiserne Kessel verdrängt.

§. 122. Beispiele.

München.

A. In der Münchener Münze wurden früher in eiserne Gerüste gestellte Platingefässe (jetzt gusseiserne Kessel) von etwa $9\frac{3}{4}$ Z. Höhe mit einem Platinhelm von 5 Z. Höhe und $9\frac{1}{2}$ Z. unterem Durchmesser angewandt. Bei einer

1) PRECHTL, technol. Encyklop. XII, 319. — ERDM., J. f. ök. u. techn. Ch. IV, 411, 424. — ERDM., J. f. pr. Ch. IX, 49.

2) Ueber Abnutzung der Platinkessel: PETZOLD, galv. Versilberung. Dresden 1842. S. 31.

Scheidung von 165 Mark güldischem Silber mit 2 Loth $9\frac{1}{4}$ Grän Gold pro Mark = 26 Mark 9 Loth $6\frac{1}{2}$ Den. Goldgehalt wird dieses Quantum in 3 Theilen à 53 Mark in 3 Platinkesseln mit 346 Mark concentrirter Schwefelsäure anfangs bei Holz-, dann bei Torffeuerung erhitzt. Man nimmt das $2\frac{1}{2}$fache Schwefelsäure von dem in der Legirung enthaltenen Silber und Kupfer. Die Helme der Kessel münden in eine mit Wasser theilweise gefüllte Bleiröhre, in welcher sich die übergehende Schwefelsäure condensirt; die überschüssige schweflige Säure wird durch ein Bleirohr in den Schornstein geführt.

Nach 3 Stunden ist die Lösung beendigt, worauf man dieselbe mit verdünnter Schwefelsäure von 55° B. versetzt, um schwimmende Goldtheilchen niederzuschlagen, und dann den grössten Theil des schwefelsauren Silberoxydes nach einiger Abkühlung in einem Kippapparat von dem zu Boden gegangenen Golde in einen Platinkessel abgiesst.

Erscheint die Lösung in demselben nicht klar, so wird sie unter Zusatz von verdünnter Schwefelsäure nochmals erhitzt und zuletzt in die bis zu $\frac{1}{3}$ mit Wasser angefüllte bleierne Fällpfanne ausgegossen: die letzte goldhaltige Trübe kommt in eine kleinere Bleipfanne, worin sie mit Kupfer zersetzt und dann das mit Silber verunreinigte Gold eingeschmolzen und in die nächste Scheidung gegeben wird.

Das im Lösegefäss rückständige Gold wird 3—4mal mit concentrirter Säure ausgekocht. Die abgegossene Säure von dem letzten Male wird demnächst wieder beim Lösen von Granalien angewandt, das Gold ausgewaschen, getrocknet und in einem Graphittiegel ohne allen Zusatz eingeschmolzen, das Spülwasser aber in die Fällpfanne filtrirt.

Die Silbervitriollauge wird bei einer Concentration von etwa 25—27° B. durch Kupfer zersetzt, wobei man auf 100 Theile Silber 30 Theile Kupferblech rechnet, das Fällsilber mit kochendem Wasser ausgesüsst, getrocknet und in einem hessischen Tiegel, der in einem Graphittiegel steht, eingeschmolzen, indem man auf jeden Löffel voll eingetragenen Fällsilbers etwas Salpeter zusetzt. Das erfolgende Silber hat gewöhnlich 15 Lth. $16\frac{1}{2}$ Grän (995,5 T

Die erfolgende Kupferv

abgedampft, zum Krystallisiren hingestellt, die Mutterlauge nach vorherigem Eindampfen auf 36° B. nochmals krystallisiren gelassen und die zweite Mutterlauge in einer Bleipfanne bis 56° B. und dann im Platinkessel bis 66° B. concentrirt, in welchem Zustande sie statt concentrirter Schwefelsäure wieder zum Lösen der Granalien angewandt wird.

Die Scheidungsanstalt in München[1]) besteht seit 1816 und verarbeitete man darin anfangs nach dem beschriebenen d'Arcet'schen Verfahren jährlich nur 2000—3000 Mark Silber. Auch wurden neben der gewöhnlichen Scheidung von Gold und güldischem Silber noch $3\frac{1}{2}$—4 Millionen Kronenthaler mit $\frac{7}{10000}$ Goldgehalt geschieden, dabei 2500—3000 Ctr. Schwefelsäure verbraucht und 1000—1200 Ctr. Kupfervitriol erzeugt. Die Scheidung geschieht in gusseisernen Kesseln und wendet man bei der Fällung des Silbers und beim Abdampfen der Vitriollaugen mit grossem Vortheil Dampf an. Die bei dieser Goldscheidung von PETTENKOFER gemachten Erfahrungen sind bereits (S. 387) mitgetheilt.

Petersburg.

B. In Petersburg[2]) nahm man auf $1\frac{1}{2}$—2 Pud güldische Silbergranalien auf jede 3 Theile in der Legirung enthaltenen Silbers 4 Theile Schwefelsäure. Jede Extraction des Silbers dauerte 6—10 Stunden. Das nochmals mit Schwefelsäure ausgekochte Gold hatte nach dem Einschmelzen einen Gehalt von 99,666% und das Silber einen solchen von 99,15%.

Zur Zeit werden gusseiserne Kessel in der Petersburger Münze angewandt.

II. Goldscheidung in Porzellangefässen.

Anwendbarkeit dieser Methode.

§. 123. Allgemeines. Derartige Gefässe empfehlen **sich für kleinere Goldscheidungsanstalten wegen ihrer Billigkeit, sie gestatten** eine sehr reinliche Arbeit und haben bei **sorgfältiger Behandlung** eine erwünschte Dauer.

177.

1) LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 132. — Bd. I. S. 55, 625.

nterharz.

§. 124. Beispiel. Zu Oker[1]) am Unterharze ist an die Stelle der früheren Quartscheidung seit dem Jahre 1838 die Affination des bei den Bleiarbeiten (Bd. II. S. 183) und Kupferarbeiten Bd. II. S. 460; IV. 207) erfolgenden güldischen Brandsilbers mit 993—996 Tausendthl. Feinsilber und 1,062—2,557 Tausendstel Gold getreten. Nach der ältern Methode betrugen die Scheidekosten pro Pfd. Gold 84—112 Rthlr., bei dem jetzigen Verfahren sind sie auf 52—70 Rthlr. heruntergegangen.

Das in Quantitäten von 70—80 Pfd. in Graphittiegeln eingeschmolzene und granulirte Brandsilber (S. 207) wird in Quantitäten von 12 Pfd. mit 28 Pfd. concentrirter Schwefelsäure in Porzellangefässen[2]) c (Bd. I. S. 563, Taf. XIII. Fig. 337; Bd. IV. Taf. IV. Fig. 95), welche mit Lehm und Hammerschlag überzogen und in einem eisernen mit Handhaben versehenen Gerüste d in eiserne Kessel a eingehängt werden, während 5—8 Stunden bei Holzfeuerung im Herd A zur Lösung gebracht. Die Lösung ist geschehen, wenn man mittelst eines durch f eingebrachten eisernen Spatels keine Granalien mehr fühlt und kein zischendes Geräusch mehr wahrgenommen wird. Zwei Stunden darauf, während dessen noch gefeuert wird, spült man mittelst verdünnter Schwefelsäure die Wände des Gefässes ab, heizt nochmals eine Stunde lang, lässt sich darauf das Gold während 5 Stunden absetzen und giesst endlich die Silbervitriollösung vom Golde möglichst rein in eine transportable Bleipfanne ab. Zu dem Goldrückstand werden so oft frische Granalien gegeben und der Prozess so oft wiederholt, als noch Silber vorhanden ist. Gewöhnlich sind 4 Gefässe im Löseherd A im Gange.

Der zurückbleibende Goldstaub wird 2mal in einem Porzellangefäss in b mit concentrirter Schwefelsäure ausgekocht, dann ausgesüsst, getrocknet, in einem hessischen Tiegel

1) Kerl, die Rammelsberger Hüttenprozesse am Com. Unterharze. 1861. S. 135. Anhang S. 21. — B. u. h. Ztg. 1860. S. 44.

2) Die Porzellangefässe werden aus der Charlottenburger Sanitätsgeschirrfabrik bezogen. — Die Thonwaaren von E. March in Charlottenburg sollen Hitze gut vertragen, von Säuren nicht angegriffen werden und billig sein: Dingl., Bd. 120. S. 127.

mit etwas Borax und Salpeter geschmolzen und in eine vorher erwärmte, mit Wachs ausgestrichene eiserne Form ausgegossen. Das Gold darf nicht unter 900 Tausendthle. Feingold enthalten.

Der erstarrte Silbervitriol, welcher von jedesmal 100 Pfd. Silber erfolgt ist, wird in einer bleiernen, mittelst Holz erhitzten Pfanne *B* von 5 F. 8 Z. Länge, 2 F. 6 Z. Breite und 1 F. 6 Z. Tiefe in heissem Wasser zur Lösung gebracht und die Lösung von etwa 25° B. Concentration während 6—7 Stunden durch eingehängte Kupferplatten zersetzt, die entstehende saure Kupfervitriollauge mit einem bleiernen Heber in die Laugenpfanne *C* abgezogen und zur Darstellung von Kupfervitriol nach vorheriger Sättigung mit Kupferasche an die Vitriolsiedung abgegeben, das Fällsilber aber ausgesüsst (S. 399), mittelst einer Schraubenpresse *D* zwischen Leinwandlappen zu Kuchen zusammengedrückt, diese auf dem Herd *E* getrocknet und mit etwas Salpeter in gusseisernen Tiegeln in Quantitäten von etwa 500 Pfd. in 12 Stunden eingeschmolzen.

Das in Formen übergeschöpfte Silber darf nicht unter 990 Tausendth. Feingehalt besitzen. Auf 1000 Thle. güldisches Brandsilber ist bei der Scheidung ein Verlust von 1,25 Thl. gestattet. Die Fällsilberpresse (Taf. IV. Fig. 96—98) besteht aus einem gusseisernen Cylinder *a* mit gereiftem Boden *b*, auf welchen das in einen leinenen Lappen eingeschlagene Fällsilber gelegt und vermittelst des Holzkegels *c* und der auf die Bretter *d* drückenden Schraube *e* zusammengepresst wird, wobei das Wasser durch *f* ausfliesst. Die Schraube wird bei *g* mittelst eines Pressbengels (Fig. 99) gedreht.

Der reichere Krätz wird jährlich mit Glätte und Glas in einem Graphittiegel eingeschmolzen, der erfolgende bleiische Regulus feingebrannt und das dabei resultirende Krätzstück wieder in die Scheidung gegeben. Der ärmere verwaschene Krätz wird alle 3 Jahr zur Okerhütte in einem Bleifrischofen mit Glätte und Kupfererzschlacken auf Werkblei verschmolzen, dieses abgetrieben und der erfolgende Regulus Feinbrennen zur Scheidung gegeben.

[illegible]s sind von 1940 Pfd. 9,9 Lth. güldischem

Silber (1 Pfd. = 10 Lth. à 10 Quint) 7 Pfd. 8,43 Lth. Gold bei 41 Thlr. 11 Gr. 4 Pf. Scheidekosten (pro Pfund güldisches Silber 6 Gr. 7,7 Pf.) erfolgt. Der Goldbarren enthielt oben 992,8 und unten 982,4—990,4 Taus. Feingold. Aus angeführten Gründen (S. 305, 314) ist neuerdings die jährliche Goldproduction (7—8 Pfd.) gegen früher (5 Pfd.) gestiegen.

III. Goldscheidung in gusseisernen Gefässen.

Geschichtliches.

§. 125. **Allgemeines.** Gusseiserne Kessel, anfangs zum Affiniren angewandt, wurden bald durch Platinkessel ersetzt, dann aber später wieder durch TOCCHI in Marseille eingeführt, so dass sie gegenwärtig in den meisten Affiniranstalten im Gebrauche sind. In Deutschland führte HEMPEL in Oranienburg gusseiserne Scheidekessel statt der Platinkessel ein.[1]) Gusseiserne Gefässe widerstehen der heissen concentrirten Schwefelsäure sehr gut, was in der Umkehrung der electrischen Polarität seinen Grund haben dürfte, indem das Eisen in Berührung mit jener Säure electronegativ wird, also zu dem electronegativen Sauerstoff keine Verwandtschaft äussert.[2]) Dabei ist Luftzutritt zu dem Innern der Lösegefässe möglichst zu vermeiden, desgleichen eine Verdünnung der Säure mit Wasser, weil sonst Eisen aufgelöst wird. Der dabei gebildete Eisenvitriol reducirt das gelöste Silber theilweise wieder und gibt zur Bildung von basischem unlöslichen Salz Veranlassung. DUMAS gibt an, dass die eisernen Kessel beim Auflösen von Silbergranalien in denselben deshalb von der Schwefelsäure nicht angegriffen würden, weil sich die innere Fläche des Gefässes mit Silber überziehe und dann das Eisen nicht mehr mit der Flüssigkeit in Berührung komme. Nach FECHNER[3]) wird das Eisen in Berührung mit Silber oder Kupfer in concentrirter Schwefelsäure electronegativ, weshalb sich erstere beiden in der

Verhalten gusseiserner Gefässe.

1) WEBER, Ztschr. f. Gewerbtreibende IV, 475. — LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 95.
2) LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 94.
3) SCHUBARTH, techn. Chem. II, 383.

ure lösen, letzteres aber nicht, und es ist deshalb der
rschlag gemacht, z. B. von JORDAN [1]), den Prozess in
seisernen grossen Gefässen anzufangen und in kleinen
tin- oder Goldgefässen zu beendigen. Wenngleich dies
h HEMPEL's Erfahrungen nicht nöthig ist, sondern die
eidung in gusseisernen Kesseln vollendet werden kann,
ist dieses vorgeschlagene Verfahren doch in Ausführung
kommen (Wiener Münze).

Das anzuwendende Gusseisen muss feinkörnig, dicht
l blasenfrei sein; seine Auflöslichkeit steht mit dem Kohlen-
alte im umgekehrten Verhältnisse.[2]) Phosphorhaltiges
heisen hat sich gut bewährt. Auch wendet man wohl
aillirte gusseiserne Gefässe von 18 Z. Höhe und 12 Z.
uchweite bei Verengerung nach oben an.

§. 126. Beispiele.

A. In der Münze zu Wien kommt nieder- und hoch- ltiges Gut zur Scheidung.

Wien.

Das niederhältige Gut mit einem nicht unbedeuten-
n Kupfergehalt wird in Barren von 18—20 Mark Gewicht
f der eisernen Herdplatte eines Flammofens erhitzt, dann
kleint, wobei sich das Kupfer oberflächlich oxydirt. Die
glühte Masse wird sodann gesiebt und in Quantitäten von
0 Mark in einer Bleipfanne mit 18—20grädiger, vorher
m Kochen erhitzter Schwefelsäure behandelt, welche das
ipfer auflöst (das Weissmachen). Der Rückstand wird in
iem Siebe in Wasser ausgewaschen und dann so oft ge-
üht und mit Schwefelsäure behandelt, bis er den gehörigen
lbergehalt zeigt. In 24 Stunden können 1200 Mark Le-
ung geglüht und dasselbe Quantum in 72 Stunden weiss
macht werden. 600—1000 Mark davon werden mit ihrem
ppelten Gewichte concentrirter Schwefelsäure in gusseisernen
esseln von 3 F. Durchmesser mit Bleideckel bis zur statt-
habten Lösung erhitzt, der Silbervitriol mit dem vom hoch-
ltigen Gut weiter behandelt, die entweichenden Dämpfe
erst in einen Condensationsraum, dann in Bleikammern
leitet, das rückständige sehr unreine Gold aber pro Mark

[1]) JORDAN in ERDM. J. f. pr. Ch IX, 49.
[2]) JORDAN in ERDM. J. f. pr. Ch. IX, 49.

mit 3—4 Loth Potasche eingeschmolzen und der erfolgende König zur Scheidung des goldhaltigen Gutes gegeben.

Von hochhältigem Gute werden 500—600 Mark mit dem 2—2½fachen Schwefelsäure während 6—8 Stunden in eisernen Kesseln aufgelöst, dann zur Klärung der Lösung 12—13 Pfd. verdünnte Schwefelsäure von 52° B. zugethan, nach einiger Zeit der Silbervitriol mit einem eisernen Löffel in die Fällpfanne übergeschöpft, das Gold von 100 Mark mit 4 Krügen à 25 Pfd. 60grädiger Säure 2 - 3 Stunden lang im Lösegefäss gekocht, mit kaltem Wasser ausgewaschen und in einem Goldkessel nochmals 2—3 Stunden mit 5—6 Volumtheilen concentrirter Säure gekocht. Hierauf thut man anfangs kaltes, dann heisses Wasser hinzu, wäscht das Gold unter stetem Zerreiben und Drücken in steingutnen Schalen aus, glüht und schmilzt dasselbe mit 2 Theilen Borax und 1 Theil Salpeter im Graphittiegel. Bei einem Bleigehalte des Goldes setzt man beim Schmelzen mehrmals Borax und Salpeter und dann öfters Sublimat zu. Die goldhaltigen Aussüsswasser werden durch Fliesspapier filtrirt und kommen in die Fällpfanne.

Das Silber fällt man aus der bis zu 15—25° B. verdünnten Lauge aus, glüht dasselbe nach dem Auswaschen und Trocknen in einem Flammofen in Quantitäten von 400 Mark und schmilzt es in Quantitäten von 500—1000 Mark in Hafnerzeller Tiegeln. Dasselbe enthält 15 Loth 15 Grän bis 15 Loth 15½ Grän Feinsilber. Ein Bleigehalt wird bei diesem Schmelzen auf die S. 401 beschriebene Weise beseitigt.

Die Kupfervitriollauge vom Fällen des Silbers wird mehrere Male auf Vitriol versotten, bis zuletzt die sogenannte schwarze Säure übrig bleibt, welche man nach gehöriger Concentration in einem eisernen Kessel mit Bleihut wieder zum Lösen von Scheidegut benutzt.

Die beim Goldschmelzen erhaltenen Schlacken und Tiegelkrätzen werden gestossen, gesiebt, verwaschen und der Schlieg mit 2 Loth Potasche pro Mark verschmolzen. Die erfolgenden Könige übergibt man der Scheidung. Die Schlacken vom Silberschmelzen werden mit Potasche, das Tiegel- und Ofenkrätz, sowie Kehrigt mit Borax und Sal-

peter geschmolzen, die Könige abgetrieben und dann wieder zur Scheidung gegeben.

Silber mit $^1/_4$ Grän Gold pro Mark (0,86 Taus.) ist noch scheidewürdig.

Frankfurt

B. Zu Frankfurt am Main[1]) werden jährlich ausser den nicht unbedeutenden Posten von güldischem Silber über 1 Million Gulden in alten Kronenthalern geschieden und dabei über 1500 Ctr. sehr reiner Kupfervitriol erzeugt. Zur Lösung dienen 3 gusseiserne Kessel mit Bleideckel und bleiernen Gasleitungsröhren, welche die schweflige Säure früher durch einen 140 F. langen Canal in einen 70 F. hohen Schornstein führten. Zur Zeit wird noch durch ein 90 F. hohes Rohr Wasserdampf zugeführt.[2]) Für die Fällpfannen, Laugenpfannen, zur Heizung der Trockenkammern etc. wird Dampf angewandt.

Es wird auch das Brandsilber von der Gute-Hoffnung-Hütte bei St. Goar daselbst geschieden.[3]) Seit 6 Jahren hat man aus 466,2 Mark Silber dieser Hütte 1,702 Mark Gold dargestellt, also durchschnittlich 0,365 %. Die Scheidekosten werden 10 Sgr. $3^1/_2$ Pf. pro Mark Silber berechnet, mithin durch einen Goldgehalt von 0,16 % gedeckt.

Kremnitz

C. Zu Kremnitz[4]) wendet man zum Scheiden der güldischen Hüttensilber gusseiserne Kessel von 3 F. 4 Z. Höhe und 2 F. 4 Z. Durchmesser mit dickem Boden an, welche 500—1000 Mark Silber fassen. Die Lösung von 500—600 Mark Granalien ist in 7—8 Stunden, die von 800—1000 Mark in Planchen oder Zainen in 18—20 Stunden vollendet. Die beschriebene Goldscheidung zu Oker (S. 405) ist im Uebrigen der Kremnitzer nachgebildet.

Poizat's Goldscheidung

D. Poizat's Goldscheidung[5]) in Paris verarbeitet sehr kupferhaltiges und goldarmes Gut in eisernen Kesseln und reineres Scheidegut in Platingefässen.

1) Bgwfd. XII, 41.
2) Dingl., Bd. 128. S. 359.
3) Zeitschr. f. das Berg-, Hütten- und Salinenwesen des Königr. Preussen. 1853 I, 183.
4) Erdm., J. f. pr. Ch. IX, 73.
5) Karmarsch und Heeren, techn. Wörterbuch I, 942.

Das Einschmelzen des Silbers behuf des Granulirens geschieht in schmiedeeisernen Tiegeln, welche mehrere Centner davon fassen. Die kugelsegmentförmigen gusseisernen Scheidekessel von 2 Z. Durchmesser sind mit einem aus 2 Hälften bestehenden gusseisernen Deckel versehen, dessen eine Hälfte bleibend auf dem Kessel befestigt und mit einem Rohr versehen ist, welches die schweflige Säure behuf Darstellung von Schwefelsäure in einen bleiernen Behälter führt.

Auf 1 Theil Silber nimmt man 2 Theile Schwefelsäure und erhitzt so lange, bis sich das Silber vollständig in einen Teig von Silbervitriol verwandelt hat. Dieser wird mit eisernen Löffeln in grosse bleierne Cisternen geschöpft, in Wasser gelöst und bis zu 36° B. verdünnt. Durch Einleiten von Wasserdampf wird die Flüssigkeit ins Sieden gebracht, bis auf 22° B. verdünnt, der Ruhe etwas überlassen und dann mittelst eines Hebers vom Golde in eine bleierne Pfanne übergezogen, worin das Silber durch Kupferstreifen ausgefällt wird etc.

Augsburg.

E. In Augsburg[1]) werden goldhaltige Münzen granulirt, die Granalien in gusseisernen Kesseln mit Schwefelsäure erhitzt, der Silbervitriol mittelst Hebers in einen Bleikasten übergeführt, nach dem Absetzen des feinsuspendirten Goldes nebst den Waschwassern vom Auswaschen des Goldes durch Kupferplatten ausgefällt, das Fällsilber ausgesüsst, gepresst, getrocknet und im hessischen Tiegel so lange mit Borax und Salpeter geschmolzen, bis der völlig schwarz gewordene Metallspiegel auf die Entfernung der letzten Spur Kupfer deutet. Das Scheidegold wird in 2 Platinblasen nach einander mit Schwefelsäure ausgekocht, wobei sich dieselben allmälig mit einer fest anhaftenden Goldschicht bekleiden, welche bei hinreichender Dicke durch gelinde Schläge von aussen sich ablösen lässt. Dann wird das entsilberte Gold in einem kleinen eisernen Kessel mehrmals mit heissem Wasser ausgekocht, getrocknet und geschmolzen. Die saure Kupfervitriollauge wird nach wiederholtem Aus-

1) Polyt. Centr. 1861. S. 1655. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 262.

krystallisiren von Kupfervitriol zum Lösen von Granalien benutzt.

Petersburg

F. In der Petersburger Münze[1]) ist das Verfahren folgendes: Schmelzen der Legirung in Quantitäten von 40 Pud mit so viel Silber, dass auf 1 Thl. Gold $2\frac{1}{2}$ Thle. davon kommen, in einem Flammofen (S. 387), Umrühren der geschmolzenen Masse und so lange Einwirkung der Luft behuf Abscheidung von Blei, bis ein gegossenes dünnes Probeblättchen ohne zu brechen sich einige Mal biegen lässt, Granuliren des Silbers, Lösen von 35 Pud 10 Pfd. in 6 gusseisernen Kesseln, so dass jeder 5 Pud 35 Pfd. enthält, in 66grädiger Säure während 4 Stunden, Abgiessen des Silbervitriols in gusseiserne transportable Kessel, 3maliges Kochen des Scheidegoldes mit Schwefelsäure in Platinretorten, Auswaschen, Filtriren, Schmelzen im Flammofen und Eingiessen in Formen zu Barren von 35 Pfd. Gewicht. Das Gold wird nöthigenfalls auf die S. 396 angegebene Weise von Osmirid befreit.

Drittes Kapitel.

Goldscheidung durch Königswasser.

Anwendbarkeit dieser Methode

§. 127. Allgemeines. Diese Methode wird gewöhnlich nur bei silberarmem Golde angewandt, aus welchem das Silber durch Schwefelsäure nur unvollständig ausgezogen werden kann und wobei die Quartation deshalb weniger vortheilhaft ist, weil man beim Vorhandensein von grossen Mengen Scheidegutes immer eine bedeutende Quantität Silber zum Zusammenschmelzen mit dem Golde zur Hand haben muss. Dieselbe beruht darauf, dass sich Gold in Königswasser als Chlorid auflöst, während das gebildete Chlorsilber in Königswasser nur sehr wenig löslich ist ($Au^2\,Ag + 4\,Cl\,H + 2\,\ddot{\ddot{N}}\,\dot{H} = Au^2\,Cl^3 + Ag\,Cl + 6\,\dot{H} + 2\,\ddot{N}$).

Verfahren

Die Legirung wird mit dem 3—4fachen Gewicht Königs-

---

wasser, aus 1 Theil Salpetersäure von 1,28 spec. Gew. und 4 Theilen Salzsäure von 1,178 spec. Gew. zusammengemischt, im Sandbade digerirt, die Lösung abgegossen, der Rückstand von Chlorsilber abermals mit Königswasser ausgekocht, dann mit destillirtem Wasser ausgewaschen und reducirt, das Gold aber aus der Lösung ausgefällt. Da das Chlorsilber das Gold leicht verkrustet, so rührt man entweder die Mischung öfters um oder lässt (beim Operiren im Grossen) einen Dampfstrahl in dieselbe treten.[1])

Fällungsmittel für das Gold.

Als Fällungsmittel für das Gold sind in Anwendung:

1) Eisenvitriol[2]), $\dot{F}e\ \dddot{S} + 7\ \dot{H}$, oder Eisenchlorür, $Fe\ Cl + 4\ \dot{H}$. Man erhitzt die Lösung des Goldes sowohl als die des Eisenvitriols auf etwa 70° C. und giesst die Eisensolution in die Goldlösung und zwar anfangs in sehr geringen Mengen wegen der stattfindenden stürmischen Entwicklung von Stickoxydgas. Wird eine abfiltrirte Probe durch Eisenvitriol nicht mehr getrübt, so decantirt man die Flüssigkeit und wäscht das in compacten Klumpen ausgeschiedene Gold aus.

$$Au^2\ Cl^3 + 6\ \dot{F}e\ \dddot{S} = 2\ Au + Fe^2\ Cl^3 + 2\ \ddot{F}e\ \dddot{S}^3.$$

Nach G. Rose[3]) besteht der Goldniederschlag aus äusserst kleinen Würfeln. Nach Morin[4]) schlägt Eisenvitriol $^1/_{450}$ Gold noch vollständig nieder, nach Elsner[5]) weniger vollständig. Nach Levol[6]) ist dieses sehr häufig ausgeführte Verfahren deshalb unvollkommen, weil Chlorsilber mit dem Golde selbst nach dem Abdampfen aufgelöst bleibt und von dem Eisensalze ebenfalls reducirt wird.

Dieses von Newton etwas modificirte Verfahren ist, zur Umgehung der Quartation, in amerikanischen Münzen in Anwendung.[7])

1) B. u. h. Ztg. 1852. S. 880.
2) Bgwfd. XIII, 187.
3) Pogg., LXXIII, 8.
4) Dingl., Bd. 76. S. 38.
5) Dingl., Bd. 96. S. 490.
6) Dingl., Bd. 91. S. 232. — Bgwfd. VII, 460.
7) B. u. h. Ztg. 1852. S. 880.

2) Oxalsäure. $\dot{H}\,\ddot{\bar{C}}$. Dieselbe liefert nach LEVOL[1]) ein reines Gold, der Prozess ist aber, namentlich beim Vorwalten von Säure, langwierig und die Flüssigkeit wird dabei durch die Entwickelung von Kohlensäure leicht verspritzt, weshalb grosse Gefässe angewandt werden müssen. $Au^2\,Cl^3 + 3\,\dot{H}\,\ddot{\bar{C}} = 2\,Au + 3\,Cl\,H + 6\,\ddot{C}$.

Unter gewissen Umständen kann das Gold nach JACKSON[2]) in Schwammform erhalten werden.

3) Ameisensäure. $\bar{F} = C^2\,H^2\,O^3 + \dot{H}$ und ameisensaures Kali $\dot{K}\,\bar{F}$ fällen das Gold nach MORIN[3]) nur unvollständig.

4) Antimonchlorür, $Sb\,Cl^3$, mit Salzsäure versetzt, reducirt nach LEVOL die etwas erwärmte Goldlösung nach einigen Stunden; das Gold wird auf ein Filter gebracht, mit schwacher Salzsäure ausgewaschen und mit etwas Salpeter und Borax in einem irdenen Tiegel geschmolzen. Auf 100 Gold sind 200 Antimonchlorür zu nehmen. $3\,Sb\,Cl^3 + 2\,Au^2\,Cl^3 = 4\,Au + 3\,Sb\,Cl^5$.

5) Arsenchlorür, $As\,Cl^3$, durch Auflösen von arseniger Säure in Salzsäure dargestellt, reducirt nach LEVOL[4]) und DUFLOS[5]) das Gold aus neutraler oder schwach alkalischer Lösung rasch und vollständig. $3\,As\,Cl^3 + 2\,Au^2\,Cl^3 = 4\,Au + 3\,As\,Cl^5$.

Zerlegung Chlorsilb[illegible]

Aus dem Chlorsilber lässt sich das metallische Silber ausscheiden durch Schmelzen mit Potasche oder nach GAY-LUSSAC[6]) besser mit frisch gebranntem Kalk, nach LEVOL[7]) und CASASECA[8]) mittelst Aetzkalilauge und Zucker, durch Schmelzen mit Salpeter und Kohlenpulver oder Colophonium[9]),

1) DINGL., Bd. 91. S. 232. — Bgwfd. VII, 460.
2) DINGL., Bd. 110. S. 375. — ERDM., J. f. pr. Ch. XLIX, 118. — B. u. h. Ztg. 1849. S. 125.
3) DINGL., Bd. 76. S. 38.
4) Bgwfd. VII, 461. — DINGL., Bd. 76. S. 38.
5) ERDM., J. f. pr. Ch. XLVIII. Heft 3 (1849).
6) DINGL., Bd. 104. S. 42.
[illegible] Jahresber. 1845. S. 186. — DINGL., Bd. 109. S. 369.
[illegible] S. 200.
[illegible] Bd. 96. S. 175.

nach HORNUNG[1]) mittelst Kupfers und Ammoniaks, nach ZIMMERMANN[2]) durch Eisen, Potasche und Kochsalz, nach WITTSTEIN[3]) durch Glühen mit feuchtem Kohlenstaub, nach KESSLER[4]) durch essigsaures Eisenoxydul, nach BRUNNER[5]) auf galvanischem Wege mittelst Zinks und Schwefelsäure oder nach BOLLEY[6]) mittelst zweier Bunsenscher Elemente, nach BÖTTGER[7]) sehr einfach durch Erhitzen mit einer Auflösung von 1 Theil krystallisirter Soda in 3 Theilen Wasser, welcher man ein dem Chlorsilber ungefähr gleiches Quantum Stärkezucker hinzufügt, nach MÜLLER[8]) mittelst Aetznatron und Glycerin.

III. Abtheilung.

Scheidung des Goldes vom Kupfer.

Ursprung des goldhaltigen Kupfers.

§. 128. Allgemeines. Legirungen von Gold mit Kupfer kommen in Münzwerkstätten vor oder werden bei der Zugutemachung von gold- und meist auch silberhaltigen Kupfererzen in Gestalt von gold- und silberhaltigem Schwarzkupfer gewonnen. Mittelst Quecksilbers lässt sich das Gold nur unvollständig ausziehen (S. 228) und wendet man zur Extraction desselben hauptsächlich nachstehende Mittel an:

Scheidungsmethoden.

Verbleiung.

1) Verbleiung[9]), indem man die Legirung entweder mit Blei zusammenschmilzt und saigert (Saigerung) oder dieselbe direct beim Abtreiben zusetzt oder sie beim Kupferauflösungs- und Abdarrprozess zuschlägt.

Abtreiben.

a) Abtreiben. Sind auf 1 Thl. goldhaltiges Kupfer

1) DINGL., Bd. 102. S. 320.
2) DINGL., Bd. 109. S. 373.
3) Polyt. Centr. 1849. S. 1196.
4) DINGL., Bd. 109. S. 369.
5) POGG., LXXXV, 462.
6) Oestr. Ztschr. 1859. S. 68.
7) Oestr. Ztschr. 1855. S. 216.
8) Oestr. Ztschr. 1859. S. 68.
9) Oestr. Ztschr. 1857. S. 281.

wenigstens 16 Thle. Blei vorhanden, so oxydirt sich das Kupfer und geht in die Glätte, während das Gold ins Blei und zuletzt ins Blicksilber geführt wird. Dieses Verfahren empfiehlt sich wegen seiner Einfachheit, aber nur dann, wenn man goldreiches Kupfer (z. B. Münzen) in kleinen Quantitäten (nicht über 6 %) beim Abtreiben von Reichblei zusetzt. Bei goldärmerem Kupfer ist das Verfahren wegen der bedeutenden Verluste an Blei und Kupfer nicht vortheilhaft.

Saigern.

b) Saigern. Für goldärmere Kupfer angewandt, führt dieser Prozess (S. 108) nicht nur zu bedeutenden Kupfer- und Blei-, sondern auch Goldverlusten, indem das Kupfer immer verhältnissmässig viel Gold zurückhält. So bringt man z. B. zu Oker (S. 314) bei Behandlung gold- und silberhaltiger Schwarzkupfer mit verdünnter Schwefelsäure an 30mal so viel Gold aus, als bei dem älteren Saigerprozess. Zu etwas geringeren, aber immer noch bedeutenden Metallverlusten führt der Abdarr- (S. 96) und Kupferauflösungsprozess (S. 95).

Schwefelsäurelaugerei.

2) Behandlung mit Schwefelsäure. Dieses Verfahren, neuerdings statt der vorhergehenden Methoden häufiger für silber- oder silber- und goldhaltiges Kupfer in Anwendung gekommen, empfiehlt sich besonders wegen des vollkommeneren Metallausbringens, und zwar wendet man zum Lösen entweder kochende concentrirte oder heisse verdünnte Schwefelsäure an.

a) Lösen in kochender concentrirter Schwefelsäure. Diesem, einen grösseren Aufwand an kostspieligerer Säure und umständlichere Manipulationen bedingenden Prozesse unterwirft man reichere und reine Legirungen von Kupfer, Silber und Gold und erhält dabei letztere Metalle gleich in feinem Zustande, das Kupfer aber als Kupfervitriol (Septèmes).

b) Lösen in heisser verdünnter Schwefelsäure. Unreinere, namentlich Blei, Antimon und Arsen enthaltende gold- und silberärmere Schwarzkupfer, welche beim Lösen nicht sofort feine Metalle ergeben würden, behandelt man zweckmässiger [illegible] heisser verdünnter Schwefelsäure (S. 304), wobei [illegible] [illegible]iol neben den Unreinig-

keiten Gold und Silber im Rückstande bleiben, durch Verbleien gewonnen und noch mittelst Schwefelsäure geschieden werden (Oker, S. 314).

3) Behandlung mit Chlor nach PLATTNER's Methode. Auf den Vivianschen Werken[1]) in Swansea wird der geringe Goldgehalt von russischen Kupfermünzen beim Umschmelzen im untern Theil des flüssigen Metalls concentrirt, dieser granulirt, calcinirt und das Gold nach PLATTNER's Methode (S. 369) mittelst Chlors ausgezogen.

Von den vorstehenden Methoden soll das Affinirverfahren mittelst concentrirter kochender Schwefelsäure zu Septèmes näher beschrieben werden, da von den übrigen Methoden im Vorhergehenden bereits die Rede gewesen.

Septèmes.

§. 129. Affination von gold- und silberhaltigem Schwarzkupfer mittelst kochender concentrirter Schwefelsäure. Zu Septèmes[2]) werden Hüttensilber, fremde Münzen, goldene und silberne Schmucksachen etc. verarbeitet und zwar die Stoffe mit mehr als $^6/_{1000}$ Gold direct mit Schwefelsäure behandelt, die ärmeren aber zuvor mit Kupfer zusammengeschmolzen, um nebenbei grössere Mengen Kupfervitriol für den Handel zu produciren, welcher zeitweilig sehr gesucht wird. Ist letzteres nicht der Fall, so löst man auch die ärmeren Materialien direct in Schwefelsäure.

1) Goldreichere Substanzen mit $^6/_{1000}$—$^{750}/_{1000}$ Gold werden in Quantitäten von 30 Kil. während 3 Stunden in Graphittiegeln eingeschmolzen und in einem kupfernen Gefäss granulirt. Das Granulirwasser kommt in den Waschkasten *H* (Taf. V. Fig. 109, 110), die Granalien werden in Quantitäten von 15—17 Kil. in gusseisernen Kesseln *B* mit dem $2^1/_2$—3fachen 50grädiger Schwefelsäure erhitzt, mit einem Eisenstab umgerührt und nach etwa 2 Stunden die Feuerung unterbrochen, wenn das Zischen nachlässt und die Schwefelsäure überzudestilliren aufhört. Diese verdichtet sich nach dem Durchgang durch den Bleihut *b* in der Bleikammer *C*, begibt sich in den Recipienten *c* und

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 168.

2) Bullet. de la soc. de l'industr. minérale. 1857. III, 118.

wird von 27° B. von Zeit zu Zeit in einer Bleipfanne *S* auf 60° B. concentrirt, während die gebildete schweflige Säure durch den Fuchs *d* in einen Schornstein *P* entweicht. Die Lösekessel halten durchschnittlich 3 Monate; die früher angewandten Platinkessel kamen theurer, erforderten reinere Säure und liessen nur schwächere Chargen zu.

Der Inhalt der Kessel, Silber- und Kupfervitriol und sehr fein vertheiltes Gold, wird in einen Bleikessel *D* gehan und der Inhalt von 2 Lösekesseln nach dem Erkalten bis zu 30° C. in den mit kochendem Wasser gefüllten Klärkasten *E* geschafft. Man rührt das Wasser bis zur völligen Lösung um, unterbricht dann die Feuerung, rührt noch kurze Zeit und lässt sich die Flüssigkeit klären, welche etwa 17° B. zeigt. Hat sich nach einer Stunde das Gold nebst etwas Silbervitriol und schwefelsaurem Bleioxyd abgesetzt, so zieht man die klare Flüssigkeit mittelst eines Bleihebers bis 0,25 M. tief vom Boden in den Fällkasten *F* über, in welchem sich Platten von silberhaltigem Kupfer befinden. Nach ' Stunden ist alles Silber ausgefällt, man zieht mit Hülfe eines Hebers die 20grädige Kupfervitriollauge in den Klärkasten *E*, um sie zum zweiten Male zur Lösung von Silbervitriol zu verwenden. Die Lauge hat alsdann 24° B. und fliesst durch eine bleiausgeschlagene Rinne *L* nach der Kupfervitriolsiederei, aus welcher nach dem Auskrystallisiren des Vitriols die sauren Laugen durch *L'* in die Goldscheidung zurückfliessen. Die Räume *f* sind Magazine für den Brennstoff (Lignit). Das Fällsilber wird mittelst einer durchlöcherten Kelle in den Waschkasten *H* übergefüllt, aus dem Wasserkessel *G* heisses Wasser übergeschöpft und das Waschwasser vom geneigten Boden in den Klärkasten abgelassen, während das Silber auf dem höhern Punct des Bodens zurückbleibt und dann unter die hydraulische Presse *K* kommt, von wo dasselbe mit 8—10% Wasser in Gestalt von Ziegelsteinen hervorgeht. Nach dem Einschmelzen zeigen die erhaltenen Zaine $^{997}/_{1000}$ Feine.

Haben sich in dem Klärkasten 4—5 Kil. Gold abgesetzt, so nimmt man den Absatz heraus, trocknet denselben, fügt reiche goldhaltige Substanzen mit über $^{750}/_{1000}$ Feine hinzu, schmilzt Alles mit dem 1—3fachen Silber von dem Gold-

gehalt zusammen, granulirt, löst in Schwefelsäure von 50°, lässt absetzen und fällt das Silber. Das feine Scheidegold wird gewaschen, getrocknet und eingeschmolzen.

2) Goldärmere Substanzen mit weniger als $^{6}/_{1000}$ Gold schmilzt man mit einer solchen Quantität Kupfer zusammen, dass der Gehalt an güldischem Silber auf $^{700}/_{1000}$ kommt. Dies ist erfahrungsmässig das beste Verhältniss zur Trennung von Gold und Silber und die Goldabsätze in dem Klärkasten fallen dabei weniger unrein aus. Soll mehr Kupfervitriol erzeugt werden, so kann der Titre bis $^{600}/_{1000}$ sinken, aber die Goldniederschläge werden dann unreiner und halten mehr Silber zurück. Man schmilzt einschliesslich des Kupfers 30 Kil. jedesmal in 3 Stunden, granulirt, löst Chargen von 21—22 Kil. mittelst 66grädiger Säure in Eisenkesseln und verfährt weiter, wie vorher. Die unreineren Goldniederschläge werden sämmtlich mit Borax und Salpeter eingeschmolzen, die erhaltenen Barren kommen nochmals zum Cupelliren und dann mit den übrigen Brandsilbern zur Scheidung mit Schwefelsäure. Je ärmer die zu behandelnden Massen, um so unreiner und silberreicher sind die Goldabsätze und um so kostspieliger ihre Aufarbeit.

Man behandelt auch wohl, wenn auf die Erzeugung von Kupfervitriol nicht besonders hingearbeitet werden soll, solche goldarme Substanzen* direct mit 55grädiger Säure, cupellirt die Goldniederschläge oder lässt sie sich besser während mehrerer Lösungen auf dem Boden der Lösegefässe sammeln, behandelt sie dann nochmals mit Säure und scheidet das Gold durch Quartation.

Behandelt man eine Legirung mit $^{6}/_{1000}$ Gold und $^{900}/_{1000}$ Silber für sich mit Schwefelsäure, so kommt 1 Kil. Metall mit $^{997}/_{1000}$ Feine auf 1,296 und, wenn dieselbe Legirung zuvor mit Kupfer zusammengeschmolzen wird, auf 0,726 Frs.

III. Platin.

§. 130. Platinerze. Das Platin wird selten auf seiner ursprünglichen Lagerstätte gefunden, sondern kommt gewöhnlich in Körnern im Schuttlande und dem Sande der Flüsse vor und zwar in Verbindung mit Palladium, Rhodium, Osmium, Ruthenium, Eisen, Kupfer und Blei, bisweilen auch mit Silber, so wie im Gemenge mit Körnern von Osmiridium, Gold, Titaneisen, Chrom- und Magneteisenstein, Quarz, Zirkon, Spinell, Serpentin etc. Das gediegene Platin hat man in den Seifen mit Chromeisenstein verwachsen gefunden und da dieser zumeist im Serpentine vorzukommen pflegt und im Platinsande die aus Serpentin und augitischen Gebilden bestehenden Fragmente vorwalten, so ist anzunehmen, dass das Platin primitiv mit Chromeisenstein und seinen andern Begleitern, dem Iridium und Osmiridium, im Serpentine enthalten gewesen ist.[1]) Die auf Platinsandlagern vorkommenden Quarzfragmente zeigen die Quelle an, woher das Gold stammt, welches in den Platinseifen meistens nur in winzigen Quanten (als 2—3procentige Beimengung) eingestreut ist. Nach dem gegenwärtigen Stande der Wissenschaft lässt sich annehmen, dass das Vorhandensein von Magneteisensand im ältern Seifengebirge auf das Vorhandensein von Gold und das überwiegende Vorhandensein von

Vorkommen des Platins.

1) Zerrenner's Anleitung zum Gold-, Platin- und Diamantwaschen. Leipzig 1851. S. XXI. — Muspratt-Stohmann's techn. Chem. 1860. III, 950.

Serpentinfragmenten auf die Anwesenheit von Platin schliessen lässt.[1])

Entdeckung des Platins.

Das Platin wurde 1736 im Sande des Flusses Pinto in Choco (Neugranada) von einem spanischen Mathematiker ANTON ULLOA entdeckt. 1750 unterwarfen dasselbe europäische Chemiker genauerer Untersuchung, namentlich SCHEFFER in Schweden und CHABANEAU[2]) in Frankreich, welcher dasselbe in Barren darstellte. Am Ural wurde es 1822 entdeckt und 1823 die Entdeckung durch LUBARSKI bestätigt. Die genauere Kenntniss des die edlen Mineralien führenden Seifengebirges im Allgemeinen datirt von der in den Jahren 1829 u. 1830 ausgeführten Expedition ALEX. v. HUMBOLDT's, GUST. ROSE's und EHRENBERG's an den Ural, Altai und das caspische Meer.[3]) An Grösse der Ausbeute sind die Platinlager zu Nischnetagilsk[4]) am Ural noch von keinen andern übertroffen.

Enthält der uralische Platinsand in 100 Ctr. seiner Masse $2\frac{1}{2}$ Loth Platin [$2\frac{1}{2}$ Solot. in 100 Pud[5])], so ist man mit diesem Gehalte sehr zufrieden, und scheint dessen Wachswürdigkeit mit $\frac{4}{7}$ Loth Platin in 100 Ctr. Sand aufzuhören. In dem Jahre 1825 betrug der Platingehalt daselbst noch 25 Sol. 20 Dol. in 100 Pud, im Jahre 1842 nur noch 2 Sol. 12 Dol. Die Production zu Nischnetagilsk beträgt $\frac{19}{20}$ von allem bis jetzt im russischen Reiche erzeugten Platin.

Fundorte.

Im Laufe der Zeit hat man mehrere Fundorte[6]) für

---

1) ZERRENNER, Anleitung zum Gold-, Platin- und Diamantwaschen. Leipzig 1851. S. XLIII.
2) B. u. h. Ztg 1861. S. 335.
3) G. ROSE, Reise nach dem Ural. 2 Bde. 1837 u. 1842. Bd. II, S. 386. — B. u. h. Ztg. 1842. S. 19.
4) ZERRENNER, c. l. p. XVIII, XXIII — ERDM., J. f. ökon. u techn. Chem. V, 104. — Bgwfd. IX, 402; XII, 591. — KARST., Arch. 2. R. I, 237. — B. u. h. Ztg. 1857. S. 254. — Berggeist 1861. Nr. 61.
5) 1 Pud = 40 Pfd. à 96 Solotnik à 96 Dolci = 34,978 Pfd. preuss. = 16,381 Kilogr.
6) KARSTEN's Metallurgie I, 233. — Neuer Schauplatz der Bgwkde. XII, 57.

Platin nachgewiesen, z. B. in Brasilien[1]), Columbien[2]), Nordcarolina, auf Haiti, auf Borneo, in Ostindien, in Frankreich[3]), in den Alpen[4]); der Goldsand des Rheines[5]) enthält $^{1}/_{2400}$ Platin; das aus dem Golde der Wilhelms-Hütte[6]) auf dem Harze gewonnene Palladium enthält etwas Platin. PETTENKOFER[7]) hat neuerdings auf die grosse Verbreitung des Platins aufmerksam gemacht; er fand dasselbe in fast allem Silber des Handels, insofern dasselbe nicht aus einer Scheidungsanstalt stammte, desgleichen auch im Golde. GUEYMARD[8]) entdeckte das Platin in den Alpen der Dauphiné und Savoyens in vielen Mineralien, Gebirgsarten und im Flusssand, so wie im Zink, Eisen und Stahl anderer Gegenden. Den Werth des Platins zu dem des Silbers hat man wie $5^{1}/_{5}$: 1 bestimmt.[9])

§. 131. Platinproben. Zur Untersuchung auf ihren Platingehalt kommen Platinsand, sowie Legirungen des Platins mit Gold, Silber und Kupfer, und zwar auf nassem und trocknem Wege.

Platinhalti Substanz

I. Untersuchung der Platinerze (Platinsand).

A. Proben auf nassem Wege.

1) In der Münze zu Petersburg[10]) wird das feinzertheilte Erz mit 10—15 Theilen Königswasser bis zur vollständigen Zersetzung wiederholt digerirt, die saure, vorher etwas eingeengte Lösung mit Salmiak versetzt und der ausgeschiedene Platinsalmiak ausgesüsst, getrocknet und gewogen. Beim Erkalten des bis auf etwa $^{1}/_{12}$ eingeengten Filtrats

Probiren Platinerz

1) ERDM., J. f. ök. u. techn. Ch. XVIII, 357.
2) KARST., Arch. 2 R. I, 237.
3) POGG., XXXI, 590; Ann. d. min. 4. sér. XVI, 505.
4) Ann. d. min. 5 livr. de 1849. p. 495; 1 livr. de 1854. p. 165.
5) GMELIN, Chem. III, 699 (1844).
6) POGG., XXXIV, 380.
7) Bgwfd. XII, 38. — SCHWEIGER, über Platina. Altes und Neues: ERDM., J. f. pr. Chem. XXXIV, 383.
8) Ann. d. min. 1 livr. de 1854. p. 165.
9) B. u. h. Ztg. 1842. S. 9.
10) BODEMANN-KERL's Probirkunst 1857. S. 381.

setzt sich Iridiumsalmiak ab. Wird nun die übrig bleibende Flüssigkeit zur Trockne gedampft, so erhält man noch einen sehr unreinen Platinsalmiak, welcher beim Glühen unreines Platin gibt. Dieses wird durch nochmaliges Auflösen in Königswasser und Fällen mit Salmiak gereinigt und dem Gewichte des bereits gefundenen Platins hinzugerechnet.

2) Ein einfacheres Verfahren besteht darin, dass man die königsaure Platinlösung mit Kalkbrei bis zur alkalischen Reaction im Schatten oder des Abends versetzt, filtrirt und aus dem Filtrat durch Salmiak und Weingeist das Platin fällt.[1])

3) LAMPADIUS[2]) behandelt 1 Probircentner Erz mit Königswasser, fällt aus der erhitzten Lösung das Iridium mittelst eines gewogenen Platinbleches als schwarzes Pulver aus, filtrirt und schlägt das Platin durch Salmiak und Weingeist nieder. Von dem beim Glühen des Platinsalmiaks erhaltenen Platin wird der Gewichtsverlust des Platinbleches abgezogen.

B. Proben auf trocknem Wege.

lle's Methode.

Nach den Methoden von H. SAINTE-DEVILLE und DEBRAY[3]) werden 10 Gramm Platinsand zur Ausziehung des Goldes mehrere Stunden mit kleinen Quantitäten kochenden Quecksilbers behandelt, mit reinem und heissem Quecksilber ausgewaschen und letzteres destillirt.

Die Bestimmung des Sandgehaltes geschieht auf die Weise, dass man auf den Boden eines mit etwas Borax glasirten hessischen Tiegels 7—10 Grm. reines gekörntes Silber, darauf 2 Grm. Platinerz, dann 10 Grm. geschmolzenen Borax, obenauf einige Stückchen Holzkohle thut und Alles in Fluss bringt. Der Sand wird dabei verschlackt und alles Metallische vom Silber aufgenommen, so dass ersterer durch die Differenz gefunden werden kann. Zur Ermittlung des

1) BODEMANN-KERL, c. l.

2) ERDM., J. f. ök. u. techn. Chem. XI, 1. — LAMPAD., Fortschr. 1839. S. 108.

3) DINGL., Bd. 154. S. 130. — Allgem. B. u. h. Ztg. 1861. S. 182, 221. (Daselbst Taf. IX. Abbildung von den Probirgeräthschaften.)

tingehaltes schmilzt man 50 Grm. Erz mit 75 Grm. und 50 Grm. reinem Bleiglanz in einem Tiegel, setzt 15 Grm. Borax zu, steigert die Temperatur unter öfterem ühren mit einem thönernen Pfeifenrohr bis zur Schmelz- : des Silbers, trägt, sobald keine Platinkörner mehr zu ɜrken, bei gesteigerter Temperatur nach und nach irm. Bleiglätte in dem Masse ein, als sie sich reducirt im Ueberschuss vorhanden das Pfeifenrohr angreift, auch Entwicklung von schwefliger Säure aufhört. Durch Bleiglanz werden anfangs Eisen und Kupfer geschwefelt trennen sich als Stein vom Platin, welches mit dem irid ins Blei geht. Durch den Glättezusatz wird dann Stein oxydirt und die gebildeten Oxyde gehen in die acke.

Nach dem Erkalten des Tiegels wird von dem ent- ıckten und abgeputzten König von etwa 2.0 Grm. Ge- t am untersten Theil etwa $^{1}/_{10}$ abgesägt und das Ab- gte, in welchem alles Osmirid angesammelt, gewogen. dem nebst den Sägespänen gewogenen oberen Theil die oberste krystallinische, sehr spröde Partie gepul- etwa $^{1}/_{9}$ davon nach dem weiter unten zu erwähnenden ahren cupellirt und aus dem gefundenen Platin der ingehalt des ganzen ursprünglichen Königs und somit Erzes berechnet. Man zieht noch 4% von diesem Ge- für Iridium und Rhodium ab. Da das Osmirid mit als in bestimmt ist, so löst man zu dessen Bestimmung von abgesägten Theil das Blei durch die 10fache Menge gleichen Theilen Wasser verdünnte Salpetersäure weg, ht den Rückstand erst mit angesäuertem, dann mit sem destillirten Wasser aus, trocknet und wiegt ihn, t mit Königswasser das Platin aus und wiegt das zurück- bende Osmirid.

Bei der Cupellation schmilzt die sehr harte und de Legirung von Platin und Blei in der Schmelzhitze Silbers auf der Capelle ein und gibt bei der Schmelz- e des Goldes cupellirt schwammförmiges Platin mit bis % Blei, welches durch Glühen auf einer neuen Capelle 6—7% herabgeht. Dieses wird entweder in hoher Tem- atur in dem später zu erwähnenden Kalkofen verflüchtigt

oder die Legirung mit dem 5—6fachen Silber und Blei abgetrieben und das Platin als Mehrgewicht des Silbers bestimmt, welches letztere dann vom ersteren durch Schwefelsäure weggelöst werden kann. Die Oefen zum Cupelliren sind kleine Flammöfen, auf deren Herd 2 neben einander gelegene Muffeln durch die vom Rost eintretende Steinkohlenflamme erhitzt werden.

II. Untersuchung platinhaltiger Legirungen.

Probiren platinhaltiger Legirungen.

1) Platin und Gold. Die Probe wird mit dem $2^1/_2$—3fachen Silber mittelst Bleies auf der Capelle vereinigt, wobei man zu gleicher Zeit, wenn eine entsprechende Menge Blei genommen wird, einen Kupfergehalt beseitigt und durch die Differenz bestimmt. Die erhaltene Legirung wird mit Salpetersäure (wie eine Goldprobe) behandelt, wobei Silber und Platin in Lösung gehen. Das zurückbleibende Gold muss so oft wieder mit Silber zusammengeschmolzen und quartirt werden, bis das Gewicht nicht mehr abnimmt. In der salpetersauren Lösung kann man das Platin durch Salmiak und Weingeist ausfällen, nachdem zuvor das Silber durch Kochsalz weggenommen (siehe auch S. 29).

2) Platin und Silber. Durch eine Vorprüfung (durch Behandlung mit Schwefelsäure) ermittelt man den ungefähren Gehalt der Probe an Platin und beschickt dieselbe auf die Weise, dass auf 1 Theil Platin 2 Theile Silber kommen. Beim Abtreiben der Beschickung auf der Capelle mit Blei[1]) wird ein vorhandener Kupfergehalt entfernt. Die ausgeplattete Legirung wird mit reiner concentrirter Schwefelsäure 10—12 Minuten gekocht, mit Schwefelsäure etwas abgewaschen und nochmals 7—8 Minuten mit neuer Schwefelsäure gekocht. Das zurückbleibende Platin wird erst mit Schwefelsäure, dann mit Wasser ausgewaschen etc.

3) Platin, Gold und Silber. Man kocht in gewöhnlicher Weise zwei mit den nöthigen Mengen Silber[2]) beschickte Proben einmal mit Schwefelsäure und findet dabei

1) Ueber die anzuwendenden Bleimengen siehe Bodem.-Kerl c. l. S. 387.
2) Bodemann-Kerl, c. l.

den Silbergehalt aus dem Verluste, dann mit Salpetersäure, wobei sich der Goldgehalt ergibt. Die Differenz besteht aus Platin. Wesentlich zum Gelingen der Probe, namentlich bei der Behandlung mit Schwefelsäure ist das richtige Verhältniss des Silbers zum Platingold. Ein Kupfergehalt wird beim Abtreiben der Legirung mit Blei durch die Differenz gefunden.

4) Platin, Arsen und Antimon. Aus dieser Verbindung scheidet man das Platin eben so wie das Gold (S. 336).

§. 132. Darstellung des Platins. Die Abscheidung des Platins aus seinen Erzen geschah bis vor kurzer Zeit nur auf nassem Wege, bis Deville neuerdings seine Darstellung auf trocknem Wege gelehrt hat, wobei sich dichteres, dauerhafteres Metall auf einfachere und billigere Weise erzeugen lässt.

Vorbereitu des Plati sandes.

Für beide Wege bedarf der rohe Platinsand einer Zubereitung. Derselbe wird gewöhnlich an Ort und Stelle mittelst mehr oder weniger complicirter Maschinen[1]) verwaschen, das Gold durch Quecksilber, so wie das Eisenerz durch Magnete, soweit es geschehen kann, ausgezogen, In diesem Zustande kommt der gereinigte Sand unter dem Namen rohe Platina in den Handel.

Man hat denselben zusammengesetzt gefunden aus[2]):

Zusamme setzung d Platinsand

	I.	II.	III.	IV.	V.	VI.
Platin	78,94	73,58	86,50	84,30	86,16	84,34
Palladium	0,28	0,30	1,10	1,06	0,35	1,66
Rhodium	0,86	1,15	1,15	3,46	2,16	3,13
Iridium	4,97	2,35	—	1,46	1,09	2,58
Osmium	—	—	—	1,03	0,97	0,19
Eisen	11,04	12,98	8,32	5,31	8,03	7,52
Kupfer	0,70	5,20	0,45	0,74	0,40	Spur
Mangan	—	—	—	—	0,10	0,31
Osmium-Iridium	1,96	—	1,40	—	1,91	1,56
Sandkörner	—	2,30 (Sandkörner und Kalk)	—	0,60	—	—
Kalk	—		—	0,12	—	—
Ruthenium	—	—	—	—	—	—
Summa	98,75	97,86	98,92	98,08	101,17	100,29

1) Zerrenner, c. l. S. 1. — Berggeist 1861. Nr. 26.

2) Gmelin, Handb. der Chem. III, 700 (1844). — Lampad.. Fortschr. 1839. S. 106.

	VII.	VIII.	IX.	X.	XI.	XII.
Platin	55,44	57,75	71,870	85,97	81,02	10,08
Palladium . .	0,49	0,25 }	1,286	0,75	0,93	Spur
Rhodium . . .	6,86	2,45 }		0,96	1,98	1,51
Iridium . . .	27,79	3,1	7,930	0,98	0,98	55,24
Osmium . . .	Spur	0,816	8,910	0,54	0,95	27,32
Eisen	4,14	6,79	5,860	6,54	7,91	Spur
Kupfer . . .	3,30	0,2	0,430	0,86	0,61	Spur
Mangan . . .	—	Hg	0,658	—	—	—
Osmium-Iridium	—	27,65	—	—	—	—
Sandkörner . .	—	Fe	0,420	1,60	4,41	—
Kalk	—	Mineralien	2,420	0,50	Spur	—
Ruthenium . .	—	—	—	—	—	5,85
Summa	98,02	99,006	99,980	98,70	98,79	100,00

I. Von Nischnetagilsk am Ural nach Berzelius, nicht magnetische Körner. II. Desgl. magnetische, zum Theil sehr polarische Körner. III. Von Goroblogadat am Ural nach Berzelius, ganz unmagnetisch. IV. Von Barbacoas nach Berzelius, aus sehr grossen Körnern bestehend. V. Von Choco nach Svanberg, durch den Magnet von Eisenerz befreit. VI. Von Pinto, nach demselben. VII. Osmiridium aus Südamerika, nach demselben. VIII. Platinerz aus Californien, nach Weil. IX. Desgl. von Borneo, nach Bleckrode. X. Desgl. vom Ural, nach Claus. XI. Desgl. aus Amerika, nach demselben. XII. Osmiridium, nach demselben.

Auch Osann [1]) hat sibirische Platinerze analysirt.

Wollaston [2]) [nach andern Chabaneau [3])] war der erste, welcher sich mit der Darstellung des reinen Platins 25 Jahre lang beschäftigte. Er veröffentlichte indess erst kurz vor seinem Tode 1828 sein Verfahren.

Darstellung von Platinschwamm.

§. 133. Darstellung des Platins auf nassem Wege. In der Petersburger Münze [4]) wird das ura-

1) Pogg., VIII, 505; XIII, 283; XIV, 329.
2) Pogg., XV, 299; XVI, 168. — Erdm., J. f. ök. u. techn. Chem. VI, 221.
3) B. u. h. Ztg. 1861. S. 335.
4) Erdm., J. f. ök. u. techn. Ch. XIV, 31ff. — Pogg., XXXIII, 99; XXXX, 209. — Lampad., Fortschr. 1839. S. 1, 95, 108.

ə Platinerz gesiebt, die gröberen Körner zerfletscht man nem eisernen Mörser und siebt abermals. Das mecha- zerkleinte Erz wird mittelst Königswassers, aus 3 Thln. äure und 1 Thl. Salpetersäure gebildet, in Porzellanen, und zwar 3—4 Pfd. Erz mit 15—20 Pfd. Säure, 8—10 Stunden im Sandbade erhitzt, bis keine salpetrign Dämpfe mehr entweichen.

Die noch saure Lösung wird, nachdem sich das Unte zu Boden begeben hat, in Bechergläser abgegossen so lange mit Salmiaklösung versetzt, als noch ein gelber ərschlag von Platinsalmiak ($NH^4Cl + PtCl^2$) entsteht. ər wird zu wiederholten Malen mit kaltem Wasser ausschen, das Waschwasssr aufgehoben, der Platinsalmiak getrocknet und in Platinschalen gelinde ausgeglüht, i metallisches Platin (Platinschwamm) entsteht.

Damit das Platin möglichst rein, namentlich frei von ım ausfalle, welches dasselbe unter Hammer und Wal- ·issig macht, muss die Fällung mit Salmiak aus saurer ng und das Auswaschen des Platinsalmiaks mit kaltem ıer geschehen. Nach JACQUELAIN [1]) wendet man zum n von 100 Thln. Platin zweckmässiger ein Gemisch 25 Thln. Chlorkalium und 3 Thln. Salmiak an, indem demnächst ein leichter zu verarbeitendes Platin er- n soll.

Die ersten Auswaschwasser werden in Glasretorten bis /12 eingedampft, worauf sich beim Erkalten Platin- und ımsalmiak niederschlägt. Die schwächern Aussüsswasser ft man in Porzellanschalen zur Trockne, der Rückstand ausgeglüht und gleich dem rohen Erz einer nochmaligen dung unterworfen.

Zur Ersparung an Königswasser schmelzen DESCOTILS [2]) HESS [3]) die Erze mit dem 8—10fachen Zink zusammen, n aus der gepulverten und gesiebten Legirung das Zink ı Schwefelsäure, dann Eisen, Kupfer und Blei durch ətersäure, dann den Rückstand erst mit Königswasser

---

Bgwfd. III, 386.
KARST., Arch. 1 R. III, 92.
ERDM., J. f. pr. Chem. Bd. 40. S. 498.

aus. — Nach Béchamp soll sich Platin in Eisenchlorid lösen $Pt + 2 Fe^2Cl^3 = PtCl^2 + 4 FeCl$).

Pressen und Schweissen des Schwammes. Schmieden des Platins.

Die Verarbeitung des nur bei den höchsten Temperaturen [1] schmelzbaren Platins beruht auf dessen Schweissbarkeit. Schon bei schwacher Rothglühhitze beginnt das Erweichen des Platins. Schweissung erfolgt jedoch erst bei Weissgluth.

Die erste Operation besteht darin, dem porösen schwammigen Platin eine cohärente Beschaffenheit zu geben und zwar

Wollaston's Methode.

1) nach Wollaston's [2] dadurch, dass man den lockern Platinschwamm zerreibt, das feine Pulver mit Wasser zu einem Brei anmengt und in einem Messingcylinder mittelst eines stählernen Stempels stark zusammenpresst. Der entstandene Platinkuchen wird erst schwach geglüht, dann bei möglichst hoher Temperatur in einem scharf ziehenden Windofen erhitzt und noch glühend mit schweren Hämmern bearbeitet.

Petersburger Verfahren.

2) Auf der Petersburger Münze [3] wird der zerkleinte Platinschwamm in eisernen Cylindern möglichst stark zusammengepresst, 1½ Tage im Porzellanofen geglüht und dann ausgewalzt.

Pettenkofer's Verbesserungen.

3) Pettenkofer [4] hat Wollaston's Methode verbessert. Derselbe erzeugt sich zunächst dadurch einen iridfreien Platinschwamm, dass er diesen in Königswasser löst, mittelst Salmiak Platinsalmiak fällt, diesen in einer Retorte gelinde ausglüht, den lockern Schwamm mit Salpetersäure kocht und dann gut auswässert. Der Schwamm wird mit Wasser zu einem feinen Brei angerieben und in 4eckigen gusseisernen Formen unter einer hydraulischen Presse oder besser unter einer Wurfmaschine gepresst. Den Presscylinder hämmert man unter wiederholtem Erhitzen bis zur Weiss-

---

1) Erdm., J. f. pr. Ch. XVI, 512; XIX, 180. — B. u. h. Ztg. 1853. S. 637. — Karst., Arch. 1 R. I. 6 S. 117; III. 90.
2) Pogg., XV. 299; XVI. 158.
3) Pogg., XXXIII, 99. — Ann. d. Chem. u. Pharm. IV, 210; VIII, 182. — Lampad., Fortschr. 1839. S. 110.
4) Dingl., Bd. 111. S. 371. — Bgwfd. XIII, 191.

gluth auf einem Ambos aus, bestreut das Blech, zur Reinigung von anhaftenden Stoffen, mit einem Gemenge aus gleichen Theilen calcinirtem Borax und Potasche und erhitzt.

Das Schweissen und Aushämmern muss möglichst rasch geschehen, weil das Platin zum Unterschiede von Eisen seine Hitze viel leichter abgibt.

Blasigwerden der Platingeräthschaften

Zuweilen werden die Platingeräthschaften mit der Zeit blasig, zuletzt ganz unbrauchbar und löcherig. Dies kann von einem Arsengehalte des Platins, welcher bei Darstellung desselben nach JEANETTY's [1]) altem Verfahren auf trocknem Wege hineingekommen ist, herrühren, indem das Arsen beim Glühen der Gefässe gasförmig wird, desgleichen von Schwefel, Aschentheilen, Silicium etc. Aber auch ganz reines Platin kann nach PLEISCHL [2]) dieses Verhalten zeigen, wenn dasselbe nicht gehörig ausgeschmiedet ist und bei der ersten Bearbeitung kleine mit Luft gefüllte Zwischenräume darin blieben, die sich beim Erhitzen allmälig erweitern. Nach PETTENKOFER und ERDMANN [3]) erhält Platin bei wiederholtem Glühen einen grauen Ueberzug durch Auflockerung der Oberfläche und wird allmälig durch Molecularveränderung spröde. Man vermeidet dies, wenn man die Gegenstände, z. B. Tiegel, nach dem jedesmaligen Gebrauche mit Seesand reibt.

Platinrückstände

Aus den Platinrückständen lassen sich die darin enthaltenen Metalle (Palladium, Iridium, Osmium, Rhodium, Ruthenium) meist nur durch complicirte Operationen abscheiden, und haben dazu besonders WÖHLER [4]), PERSOZ [5]), FREMY [6]), CLAUS [7]), GIBBS [8]), DEVILLE u. DEBRAY [9]), GU-

1) GMELIN, Handb. d. Ch. III, 714 (1844). — DUMAS, angew. Chem. IV, 416. — SCHUBARTH, techn. Chem. II, 382 (1851).
2) POGG., LXIII, 113.
3) B. u. h. Ztg. 1861. S. 40.
4) POGG. Ann. Bd. 31. S. 161.
5) ERDM., J. f. pr. Chem. II, 473.
6) DINGL., Bd. 133. S. 270.
7) POGG. Ann. Bd. 65. S. 200. — ERDM., J. f. pr. Chem. XXXIV, 173, 420; LXXX, 282. — CLAUS, Beiträge zur Chemie der Platinmetalle. Dorpat 1854.
8) Ann. d. Chem. u. Pharm. Bd. 120. S. 99. — B. u. h. Ztg. 1862. S. 256.
9) DINGL., Bd. 154. Heft 4 u. 5. — WAGNER's Jahresb. 1859. S. 81; 1860. S. 102.

YARD[1]) u. A. Vorschriften gegeben. Neuerdings werden statt des reinen Platins Legirungen[2]) desselben mit Iridium und Rhodium hergestellt, welche härter als jenes sind und den Einflüssen der Säuren, namentlich Königswasser, besser widerstehen.

Das Osmiridium[3]) wird zu Stahlfederspitzen verwandt.

Zum Probiren der Platinrückstände und des Osmirids sind von DEVILLE und DEBRAY[4]) Methoden angegeben.

rfahren von eville und Debray.

§. 134. **Darstellung des Platins auf trocknem Wege.** DEVILLE und DEBRAY[5]) stellen das Platin auf trocknem oder theilweise nassem Wege nach folgenden Methoden dar:

1) **Schmelzen der Erze für sich.** Das Platinerz wird mit 4—5 % Kalk bei sehr hoher Temperatur auf einer Unterlage von Kalk in einem Ofen von nachstehender Construction (Taf. V. Fig. 111) eingeschmolzen: *a* ausgehöhlte, über einander gelegte Platten oder Stücke von gebranntem Kalk (auch wohl quarzreichen Ziegeln), in einem Gehäuse *b*, welches mit einer Handhabe *c* zum Aufkippen behuf der Entleerung versehen ist. *d* Eintrage- und Ausgussöffnung, welche erstere sich auch in Gestalt einer mit einem Kalkstöpsel zu verschliessenden Oeffnung im Kalkdeckel befinden kann. *e* Kupferröhren mit Platinansatz am untern Ende zur Zuleitung von Wasserstoffgas oder Kohlenwasserstoffgas durch die mit Hahn *f* versehenen Röhren *g*. *h* kupferne Röhren mit Platinknöpfen *k* am Ende, durch welche Sauerstoffgas, mittelst der Hähne *l* abzustellen, hinzugeführt wird.

---

1) DINGL., Bd. 169. S. 278.

2) B. u. h. Ztg. 1860. S. 20, 272; 1861. S. 407; 1862. S. 290. — DINGL., Bd. 165. S. 198, 205. — Polyt. Centr. 1858. S. 1159, 1450.

3) B. u. h. Ztg. 1862. S. 256, 290.

4) DINGL., Bd. 154. S. 199. — B. u. h. Ztg. 1860. S. 264.

5) Ann. d. min. 5 sér. Bd. 16; Bd. 18. S. 11. — ST. CLAIRE-DEVILLE und DEBRAY, das Platin und die dasselbe begleitenden Metalle. Aus dem Französ. von J. O. H. SCHMIDT. Quedlinburg. — Allg. b. u. h. Ztg. 1860. S. 266; 1861. S. 181. — DINGL., Bd. 154. S. 130, 199, Hft. 4 u. 5. — WAGNER's Jahresb. 1861. S. 98. — B. u. h. Ztg. 1860. S. 256, 272; 1861. S. 170; 1862. S. 76. — MUSPRATT-STOHMANN, techn. Chem. 1860. III, 967.

Stopfbüchse, in welcher sich die Röhren h auf- und niederschieben lassen, zur Regulirung der Gasverbrennung. Auch haben kleinere Oefen wohl nur eine Gebläseröhre und ist dann die Höhlung im Kalke unten und oben etwa 1,2 und mitten 1,6 Decim. weit bei 8 Centim. Höhe. Der Querschnitt der Leuchtgas zuführenden Röhre muss etwa 1 Q. Centim. betragen, die Sauerstoffröhre an der Ausströmungsöffnung etwa 2—2½ Millim. weit sein. Der Sauerstoff strömt unter 4—5 Centim. Pressung aus.

Billiger als mittelst Braunsteins erhält man Sauerstoff[1]) aus Schwefelsäure, welche beim Durchleiten durch glühenden Platinschwamm in Sauerstoff und schweflige Säure zerfällt. Letztere wird durch Wasser und Aetznatron absorbirt.

Werden Sauerstoff und Leuchtgas im richtigen Verhältniss zugeführt, so verbrennt die Flamme ohne Geräusch; bei überschüssigem Sauerstoff pfeift und bei zu viel Leuchtgas bläst sie.

Die Flamme muss das Erz so treffen, dass allmälig Schmelzung eintritt, wobei Osmium, Gold, Palladium und theilweise Kupfer sich verflüchtigen, Eisen, Kupfer, Silicium etc. sich oxydiren, schmelzen und von der porösen Kalksubstanz theilweise eingesogen werden. Es bleibt dann eine nutzbare Verbindung von Platin, Iridium und Rhodium zurück, aus welcher man aber auch das Platin durch Königswasser ausziehen kann. Das Giessen des geschmolzenen Platins geschieht, indem man den Ofen mittelst der Handhabe c neigt, durch eine Oeffnung d an der Seite des Kalkofens in Formen von Sand, Kalk, Gascoks, dickem mit Graphit ausgeriebenen Gusseisen oder am besten nach HERÄUS' Methode[2]) in mit einem Platinblech ausgefütterte schmiedeeiserne Formen. Damit das Platin nicht spratzt, lässt man gegen das Ende der Operation das Leuchtgas mehr vorwalten. Auch altes Platin[3]) lässt sich auf diese Weise umschmelzen und feinen und kann man leicht bis zu 25 Kilogr.[4]) auf einmal einschmelzen. Auf der letzten Londoner Industrie-

1) DINGL., Bd. 159. S. 51.
2) DINGL., Bd. 165. S. 198, 205.
3) B. u. h. Ztg. 1860; Ann. d. min. 5 sér. XVIII, 338.
4) B. u. h. Ztg. 1861. S. 170.

Ausstellung[1]) befand sich ein massiver, 2⅓ Ctr. schwerer Block von geschmolzenem Platin. Nach STORER[2]) haben amerikanische Chemiker schon früher bis 53 Unzen Platin geschmolzen.

Das geschmolzene und gefeinte Platin ist so weich, wie Kupfer, weisser, als das gewöhnliche Platin, und nicht so porös, verdichtet Gase an seiner Oberfläche und hat 21,15 spec. Gew. In der Nähe seines Schmelzpunctes krystallisirt das Platin in Würfeln und Octaëdern[3]), längere Zeit über seinen Schmelzpunct erhitzt, verflüchtigt es sich nach DEBRAY und zeigt nach demselben auch in grösseren Massen nach langem Schmelzen bei raschem Abkühlen ein Spratzen. Während das Platin im Gutfeuer eines Porzellanofens nicht schmilzt, ist dieses nach AUBEL[4]) im Rachette'schen Eisenhohofen der Fall. RICHTER[5]) und HERÄUS[6]) bestreiten dies und glauben an eine Bildung von leichter schmelzbarem Kohlenstoff- oder Siliciumplatin. Nach HERÄUS tritt ein Spratzen nur dann ein, wenn Sauerstoff unter zu starkem Druck zugeführt wird.

2) Schmelzen der Platinerze mit Bleiglanz. Gleiche Theile Erz und Bleiglanz werden in einem geheizten Flammofen unter stetem Umrühren in Fluss gebracht und so lange darin erhalten, bis das Eisen des Erzes Bleistein gebildet hat und das Platin vom ausgeschiedenen Blei aufgenommen ist. Man gibt dann einen Zusatz von strengflüssigem Glas, steigert die Hitze und fügt nach und nach zur Zerlegung des Steines 200 Kil. Glätte hinzu. Entwickelt sich keine schweflige Säure mehr, so lässt man das Metallbad einige Zeit in Ruhe, damit sich Osmirid absetzt, sticht die bleihaltige Schlacke ab, schöpft das bleihaltige Platin mittelst eines gusseisernen Löffels in Eingüsse über und setzt

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 290; 1863. S. 168.
2) WAGNER's Jahresber. 1862. S. 93.
3) Bgwfd. XXII. Nr. 7.
4) B. u. h. Ztg. 1862. S. 392; 1863. S. 272. — Ueber Schmelzbarkeit der Platinmetalle: Polyt. Centr. 1857. S. 1447.
5) B. u. h. Ztg. 1863. S. 195.
6) B. u. h. Ztg. 1863. S. 256.

den Rückstand so oft zum nächsten Schmelzen zu, bis er hinreichend reich an Osmirid ist. Das bleihaltige Platin wird, wie beim Probiren (S. 425), abgetrieben und dann durch Umschmelzen im Kalkofen gefeint.

3) Verbindung des nassen und trocknen Weges zur Darstellung reinen Platins. Das Erz wird in Königswasser gelöst, die gebildeten Chloride durch Glühen zerlegt, das reducirte Platin von den nicht zerlegten Chloriden durch Schlämmen gereinigt, das Platin zur theilweisen Entfernung von Palladium mit Salpetersäure digerirt und im Kalkofen gefeint. Das Abgeschlämmte wird zur Befreiung von Eisen, Kupfer und etwas Palladium mit concentrirter Schwefelsäure erhitzt, der Rückstand von Rhodium- und Iridiumoxyd gewaschen, getrocknet und durch Reduction im Kohlentiegel eine nutzbare Legirung dargestellt. Im J. 1859 hat Russland 55 Pud 34 Pfd. 3 Solotn. Platin im Werthe von etwa 135,180 Rub. Silber producirt; im J. 1862 an 142 Pud 20 Pfd. 22 Solotn. 60 Dol. Rohplatin.[1])

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 419; 1864. S. 329, 341.

28*

IV. Nickel.

Erze.
Nickelerze.

§. 135. Nickelerze. Zur Nickelgewinnung dienen:

1) eigentliche Nickelerze, und zwar hauptsächlich:

Kupfernickel (Rothnickelkies), $Ni^2 As$, mit 43,5 Ni, selten frei von Co, Fe und S, zuweilen mit Pb und Cu.

Weissnickelkies (Chloantit), Ni As, mit 27,8 Ni, oft mit Co, Fe und zuweilen Bi.

Nickelspiessglanz, $Ni^2 Sb$, mit 31,4 Ni, oft mit Fe, As und eingemengtem $\dot{P}b$.

Nickelglanz (Nickelarsenkies, Nickelarsenglanz), $\ddot{N}i$ + Ni As, im reinsten Zustande mit 35,1 Ni.

Antimonnickelglanz (Nickelantimonkies), $\ddot{N}i$ + Ni Sb, mit 27,6 Ni, zuweilen mit Ni As.

Von untergeordneter Bedeutung sind und kommen mit den genannten Erzen zuweilen zur Verarbeitung:

Nickelblüthe (Nickelocher), $\dot{N}i^3 \ddot{\bar{A}}s + 8 \dot{H}$, mit 29,5 Ni.

Nickelkies (Haarkies), $\dot{N}i$ mit 64,8 Ni, nickelhaltiger Speiskobalt, Eisennickelkies, $\dot{N}i + 2 \dot{F}e$ mit 22 Ni, Nickelwismuthglanz mit 22 Ni u. a.

Derartige Erze[1]) kommen z. B. vor in Ungarn[2]).

1) v. Cotta, Erzlagerstätten. II. — v. Dechen, Statistik des zollver. Deutschl. I, 774.

2) B. u. h. Ztg. 1861. S. 124. — Oestr. Ztschr. 1855. S. 397; 1858. S. 60.

(Dobschau), im Erzgebirge (Marienberg, Annaberg, Johann-Georgenstadt, Schneeberg, Joachimsthal), Thüringer Wald (Camsdorf, Riechelsdorf), Mansfeld, Rheinland (Biber, Altenrath), Schlesien (Kupferberg), Schladming[1]) in Steyermark, Nöckelberg im Salzburg'schen, Pinzgau, Wallis, Spanien[2]), Pensylvanien[3]) etc.

Nickelhaltige Erze.

2) Andere Erze mit einem geringen Nickelgehalt, von eingesprengten Nickelerzen oder von mit Fe isomorphem Ni herrührend, als: nickelhaltige Schwefel- und Kupferkiese [Dillenburg[4]), Gladenbach[5])], Magnetkies [Klefva[6]) in Schweden, Snarum in Norwegen[7]), Varallo[8]) in Piemont, Ossolathal[9]) etc.], Arsenkies etc.

Nickelhaltige Hüttenproducte.

3) Hüttenproducte, in denen sich ein geringer Nickelgehalt der Erze, zuweilen durch die Analyse gar nicht nachzuweisen (Rammelsberger Erze, Oberharzer Kupferkies), concentrirt hat, als: Speisen von Blaufarbenwerken (I. 759) und der Zugutemachung von Blei- (II. 134, 180), Kupfer- (II. 366, 375) und Silbererzen; Leche, Schwarzkupfer (II. 550), Gaarkupfer (II. 396, 416), Glimmerkupfer (I. 706; II. 387), Kupferverblasen- und Gaarschlacke (II. 397). Nach MRAZEK[10]) geht ein in den Przibramer Bleigeschicken vorkommender geringer Nickelgehalt theils in den Schlacken, theils in den Handelsbleien und Glätten, theils in Eisensauen verloren und wird nur zum geringen Theil bei der Krätz- und Bleisteinarbeit in einer Speise concentrirt. Beim Pattinsoniren bleibt ein Nickelgehalt meist in der Mutterlauge. LEITHNER[11]) hat

1) Leob. Jahrb. 1860. IX, 260.
2) B. u. h. Ztg. 1863. S. 306.
3) Oestr. Ztschr. 1858. S. 62. — WAGNER's Jahresber. 1858. S. 55.
4) COTTA, Gangstud. III. Hft. 1 u. 2. — Ann. d. Chem. u. Pharm. 1860. Bd. 115. S. 338. — B. u. h. Ztg. 1861. S. 364, 472; 1864. S. 58.
5) B. u. h. Ztg. 1856. S. 301.
6) B. u. h. Ztg. 1858. S. 353.
7) B. u. h. Ztg. 1858. S. 304.
8) Oestr. Ztschr. 1861. S. 106.
9) Berggeist 1862. Nr. 65.
10) Leob. Jahrb. 1864. XIII. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 315.
11) Oestr. Ztschr. 1861. S. 133.

den Nickel- und Kobaltgehalt in den Terjove'er Kupfererzen und Hüttenproducten bestimmt.

Nickelproben. §. 136. Probiren der Nickelerze. Die Proben auf Nickel sind im Allgemeinen umständlich und erfordern, namentlich die auf trocknem Wege, viel Uebung. Erst in neuerer Zeit ist die Probirkunst mit einem Probirverfahren für nickelhaltige Substanzen auf trocknem Wege durch PLATTNER bereichert, welches weniger Zeit erfordert und eben so genaue Resultate gibt, als sich auf nassem Wege erzielen lassen. Besonderer Erwähnung verdient auch die von PLATTNER angegebene quantitative Nickelprobe vor dem Löthrohre, welche Einfachheit mit grosser Genauigkeit und geringem Zeitaufwande verbindet.

Auch sind in neuester Zeit brauchbare maassanalytische Methoden zur Bestimmung des Nickelgehaltes aufgefunden.

I. Nickelproben auf trocknem Wege.

A. Muffelprobe von PLATTNER.[1])

PLATTNER's Probe. Das im Nachstehenden beschriebene Probirverfahren bezieht sich auf Erze und Producte, in denen ausser Kobalt, Nickel und Arsen auch Eisen, Kupfer, Blei, Wismuth, Schwefel und Gangarten vorkommen. Je nach dem der eine oder andere der letzteren Bestandtheile fehlt, vereinfacht sich das Verfahren und lassen sich in dieser Beziehung nachstehende Hauptfälle unterscheiden:

Blei-, kupfer-, wismuth- und schwefelfreie Verbindungen von Eisen, Kobalt und Nickel mit einer solchen Menge Arsen, dass mindestens $(Co, Ni)^4 As$ entstehen kann, lassen sich, wenn keine Gangarten vorhanden, direct den Operationen (5—8) und bei anwesenden Gangarten zuvor noch (4) unterwerfen (Kupfernickel, Weissnickelkies, Speiskobalt, Kobaltblüthe, manche Nickel- und Kobaltspeisen.) Genügt der Arsengehalt nicht zur Hervorbringung obiger Viertelarsenverbindung oder

1) PLATTNER, Beitrag zur Erweiterung der Probirkunst. 1849. — Bgwfd. VI, 113. — PLATTNER, Röstprozesse. 1859. S. 158.

fehlt er ganz, so bedarf es vor den Operationen (4—8) eines Arsenicirens (3) und bei einem gleichzeitigen Schwefelgehalt in Gestalt von Schwefelmetallen oder schwefelsauren Salzen einer Röstung (2). Ein hinzukommender Blei- und Wismuthgehalt macht bei (4) einen Zusatz von Eisen erforderlich und die Anwesenheit von Kupfer bedingt die Manipulation (8).

Das Wesen der Probe besteht darin, dass sich nach Entfernung der Gangarten, des Schwefels, Eisens, Bleies und Wismuths bestimmte chemische Verbindungen von Co^4 As, Ni^4 As und Cu^6 As erzeugen lassen, welche in der angegebenen Reihenfolge mittelst Borax- oder Phosphorsalz verschlackbar sind. Die vorzunehmenden einzelnen Operationen sind folgende:

Abwäge

1) Abwägen der Probe. Man muss solche Mengen Probegut abwägen, dass nicht über 10—15 Probirpfd. grosse Könige von $(Co, Ni, Fe)^4$ As und Cu^6 As entstehen, weil sonst bei ihrer meist grossen Strengflüssigkeit das Einschmelzen grösserer Mengen zu lange dauert und die chemischen Reactionen nicht gehörig eintreten. Bei unbekannten Erzen muss deshalb das zu nehmende richtige Gewicht durch eine Vorprobe ermittelt werden. Ni^4 As ist leichter schmelzbar, als Co^4 As und Fe^4 As. Je reicher die Erze an Kobalt werden, um so mehr strebt man die Entstehung leichterer Könige (von 10 Pfd. Gewicht) an. Bei vorwaltendem Kobaltgehalt setzt man, um den König leichtflüssiger zu machen, 3—4 % Kupfer oder Gold oder Ni^4 As (Körner von früheren Proben) demnächst nach dem Arseniciren und vor dem reducirenden und solvirenden Schmelzen zu. Man wägt von Metallen oder Legirungen etwa 10, von Oxyden und reichen Erzen 20, von mittelreichen 30—50 und von armen 1 Probircentner ab. Da es bei kupferhaltigen Substanzen zur Bestimmung des Kupfergehaltes demnächst eines Zusatzes der 8fachen Menge Gold von dem Gewichte der Arsenmetalle bedarf, so muss man bei kupferreichen Substanzen mit der Einwage noch unter 10 Pfd., bis zu 5 Pfd., herabgehen.

Rösten

2) Rösten. Diesem Prozess werden alle Substanzen unterworfen, welche Schwefel oder schwefelsaure Salze enthalten. Man setzt beim Rösten Kohlenstaub zu, reibt bei

viel Schwefel einige Mal auf, und haben sich schwefelsaures Blei- und Wismuthoxyd gebildet, so reibt man das Röstgut mit etwa 60% kohlensaurem Ammoniak in einer gusseisernen Reibschale zusammen und glüht das Gemenge im bedeckten Röstscherben, bis es nicht mehr nach Ammoniak riecht (10 Min.). Das Ammoniak nimmt die Schwefelsäure jener Salze nahezu vollständig auf und verflüchtigt sich damit. Ist der Schwefel als Gyps oder Schwerspath vorhanden, so verschmilzt man das Probirgut nach Art der Lech- oder Rohsteinprobe (S. 64) auf einen Stein, welcher geröstet wird. Beim Lechschmelzen setzt man 10—30 Pfd. metallisches Arsen zu, wenn die Probesubstanz neben Gyps und Schwerspath erdige Bestandtheile oder Metalloxyde, aber keine Schwefel- und Arsenverbindungen enthält.

Arseniciren. 3) Arseniciren. Dieser Arbeit werden die Substanzen unterworfen, welche entweder gar kein (Würfelnickel, Gemenge von Nickel, Kobalt- und Eisenoxyd etc.) oder zu wenig Arsen enthalten, um Viertelarsenmetalle zu bilden. Man reibt das pulverförmige Probirgut mit der 1—1½fachen Menge Arsen (Fliegenstein) vorsichtig zusammen und erhitzt das Gemenge in einer hinten in die Muffel gestellten bedeckten Bleitute (Bd. I. Taf. II. Fig. 29) bei davor gelegten Kohlen in Gelbrothglühhitze so lange (6—10 Min.), bis bei von Zeit zu Zeit abgenommenem Deckel keine Arsenflamme mehr wahrzunehmen und Arsendämpfe nicht mehr entweichen. Da Kobaltoxyd sich schwieriger arsenicirt, als Nickeloxyd, so muss bei kobaltreichen Substanzen das Arseniciren nochmals wiederholt werden, was der Sicherheit halber auch wohl bei Nickeloxyd geschieht. Legirungen (Schwarzkupfer, Argentan, unreines Nickelmetall), welche sich nicht zerkleinen lassen, werden in Quantitäten von etwa 10 Pfd. in möglichst kleine Blättchen geschlagen, mit 20 Pfd. Arsen arsenicirt, dann thunlichst zerkleint und nochmals mit der halben Menge Arsen geglüht. Ein Mangel an Arsen kann sich durch Strengflüssigkeit kund geben. Bei nickelreichen und kobaltärmeren Substanzen ist die Masse wohl völlig zur Kugel geschmolzen oder bei strengflüssigen Gangarten nur gesintert oder als Pulver vorhanden. Beim Arseniciren bilden sich

in Folge der reducirenden Einwirkung des Arsens auf die Metalloxyde oder Metalle Arsenmetalle von Ni, Co, Fe, Bi, Pb, Cu etc.

Reducirende u. solvirend Schmelzen.

4) Reducirendes und solvirendes Schmelzen. Zur Verschlackung vorhandener Erden und zur Ansammlung der Arsenmetalle in einem Korne thut man zu der arsenicirten Substanz in der Bleitute, wenn diese nicht rissig geworden, 2—2½ Ctr. schwarzen Fluss und 20—30 Pfd. Glas oder 2 Probirlöffel voll Glas und 1 Probirlöffel voll Boraxglas. Eisenarme Substanzen erhalten — zur Verhütung einer demnächstigen zu frühen Verschlackung von Kobalt — einen Zuschlag von 1—2, eisenfreie einen solchen von 3 - 4 Pfd. Eisenfeile. Sieht die Probe nach dem Rösten roth aus, so ist kein Eisen nöthig. Nachdem noch eine Kochsalzdecke und obenauf ein Stückchen Kohle gegeben, erhitzt man die Tute langsam und gibt erst nach dem Abflammen bei vor dieselbe gelegten Kohlen etwa ½ Stunde lang Gelbrothglüh- oder Kupferschmelzhitze. Nach dem Abkühlen wird der aus Arsenmetallen bestehende gut geflossene König von der schwarz- oder grün-, nicht von verschlacktem Kupfer rothgefärbten Schlacke getrennt.

Bei einem Blei- und Wismuthgehalt der Substanz gibt man bei diesem Schmelzen einen Zusatz von dickem Eisendraht, wo sich dann Blei und Wismuth, aus ihren Arsenmetallen abgeschieden, neben dem Speisekönig befinden. In solchem Falle bedarf es natürlich nicht noch eines Zusatzes von Eisenfeile zur Verhütung der demnächstigen Kobaltverschlackung. Bei einem Gehalt von 10—15% Blei oder Wismuth genügen 5—10 Pfd. Eisen, bei bleireicheren Substanzen (z. B. Kupferverblaseschlacken) muss man nöthigenfalls bis 20 Pfd. zusetzen. Durch zu viel Eisen wird dem $(Co, Ni)^4 As$ Arsen entzogen, dasselbe bleibt nicht hoch genug arsenicirt und die Eisenverschlackung dauert demnächst sehr lange. Ist nur Blei vorhanden, so wägt man den erhaltenen König, schneidet das Blei von demselben ab, wägt wieder und findet so letzteres aus der Differenz. Bei alleiniger Anwesenheit von Wismuth fügt man zur Erziehung eines hinreichend geschmeidigen Kornes 10—12 Pfd. Kornblei zur Beschickung, bestimmt das Gewicht der Blei-

Wismuthlegirung, wie vorhin, durch die Differenz und zieht das zugesetzte Blei ab, wobei berücksichtigt wird, dass etwa 4% Blei immer als Pb As im Speisekönig bleiben. Auch kann man das Wismuth, ohne vorherigen Bleizusatz, dadurch von dem Speiseregulus trennen, dass man das Korn in der Pincette in der Spirituslampe erhitzt und wie beim Abschlagen der Löthrohrproben mit der Faust aufschlägt, wobei das Wismuth sehr rein von den Arsenmetallen wegfliegt.

Kommen Wismuth und Blei zusammen vor, so werden sie gemeinschaftlich in vorhinniger Weise bestimmt und auf nassem Wege geschieden (II. 817, 820).

[Ve]rschlackung [des] Arseneisens. 5) Verschlacken des Arseneisens mit Borax. Man setzt den König mit 25—30 Pfd. Boraxglas, in ein Skarnitzel gewickelt, mittelst der Backenzange auf einen mitten in der Muffel stehenden und von glühenden Kohlen umgegebenen weissglühenden Gaarscherben (Bd. I. Taf. I. Fig. 25) und schmilzt bei zugelegter Muffelöffnung möglichst rasch ein. Auch setzt man wohl den König zu im Scherben vorher geschmolzenen Borax. Sobald der König ins Treiben gekommen, zieht man den Scherben der Muffelmündung etwas näher und lässt, bei einer Kohle in letzterer, Luft zutreten. Bei richtiger Temperatur erhält das Korn einen sich verschlackenden Ueberzug von basisch arsensaurem Eisenoxydul und der Borax färbt sich mehr oder weniger dunkelgrün. Zuweilen bedeckt sich das Korn mit einer dicken Oxydhaut und man erkennt dann das gute Arbeiten der Probe nur an dem fortwährenden Zucken. Bei zu hoher Temperatur bleibt der König blank und bei zu niedriger verschlackt sich schon neben dem Eisen leicht Kobalt und die Schlacke wird blau. Man verfällt leichter in letzteren, als in ersteren Fehler, weil zur Verschlackung des Eisens schon eine bedeutend hohe Temperatur erforderlich ist. Sobald das Eisen fast völlig verschlackt ist, so zeigen sich am untern Rande des Königs blanke Stellen, während er weiter hinauf noch schuppt. Sobald die Schuppen fast verschwunden und der König nahezu blank geworden, nimmt man den Scherben, wobei die Probe Arsendämpfe ausstösst, heraus, hält den Scherben auf Wasser, bis der König erstarrt ist, zieht ersteren dann zur völligen Abkühlung mehrmals

durchs Wasser und entschlackt. Die Schlacke sieht noch grünlich aus und der König kann noch wenig Eisen enthalten, welches man dadurch wegschafft, dass man ihn nochmals in flüssigem Borax rasch antreiben lässt und dann sofort herausnimmt. Die Schlacke muss dann eben einen Stich ins Bläuliche von beginnender Kobaltverschlackung haben. Lässt man den König gleich ganz blank werden, so läuft man Gefahr, dass sich mehr Kobalt verschlackt. Bei viel Eisen kann sich der Borax damit sättigen, ohne dass dasselbe schon völlig abgeschieden ist, derselbe wird dann zähflüssiger (nicht zu verwechseln mit der ähnlichen Erscheinung bei gesunkener Temperatur), das Treiben geht weniger lebhaft und es zeigen sich auf der erkalteten Schlacke kupferrothe Blättchen von arsensaurem Eisenoxyd. Man setzt dann entweder Borax in einem Skarnitzel nach oder nimmt den Scherben, wenn er dadurch zu voll wird, heraus, entschlackt und setzt den König mit einer frischen Boraxmenge auf.

Ist zu wenig oder gar kein Eisen vorhanden, so tritt alsbald eine Kobaltverschlackung ein und die Schlacke wird blau; daher in solchem Falle ein Zusatz von Eisenfeile (S. 441). Bei gleichem Verhältniss von Kobalt und Nickel kann man die Verschlackung mit Borax auch bei nicht geschmolzener Probe noch vornehmen, wenn nur das Nickel bestimmt werden soll, weil bei der Leichtflüssigkeit des $Ni^4 As$ der König eher schmilzt, als alles Kobalt verschlackt ist. Dies ist aber bei Gegenwart von Eisen nicht der Fall, weil dasselbe bei einer ungeschmolzenen Probe sich nicht abscheiden lässt. Wie oben (S. 439) bemerkt, muss ein höherer Kobaltgehalt herabgedrückt werden.

Bei Abwesenheit von Kupfer besteht der König jetzt aus arsenicirtem Nickel und Kobalt, aber mit einem Ueberschuss von Arsen.

Desarseniciren.

6) Desarseniciren. Diese Operation bezweckt die Entfernung des überschüssigen Arsens durch Verflüchtigung, um eine chemische Verbindung von $Ni^4 As$ und $Co^4 As$ zu erhalten. Man glüht den König zwischen Kohlenpulver in einem bedeckten kleinen Bleischerben (Bd. I. Taf. I. Fig. 26a) oder in einem Löthrohrtiegelchen (Bd. I. Taf. II. Fig. 41),

welches in einem grösseren bedeckten Tiegel auf Cokspulver steht, etwa $^1/_4$ — $^1/_2$ Stunde in der gelbglühenden Muffel, wägt den mit der Pincette herausgenommenen und in Wasser abgelöschten König und wiederholt das Glühen zum zweitenmal, bis zwei Wägungen übereinstimmen.

Verschlacken von Arsenkobalt.

7) Verschlacken von Co^4 As. Der genau gewogene, Co^4 As und Ni^4 As enthaltende König wird mit 25 Pfd. Borax auf einem weissglühenden, mit Kohlen seitlich und hinten umgegebenen Gaarscherben bei zugelegter Muffel möglichst rasch eingeschmolzen, dann die Muffelmündung theilweise geöffnet und bei hinreichend hoher Temperatur Co^4 As unter Bildung von basisch arsensaurem Kobaltoxydul und arseniger Säure vom Borax verschlackt. Bei richtiger Temperatur, die höher zu halten ist, als bei der Eisenverschlackung, muss der König in dieser Periode blank bleiben und eine blaue Schlacke entstehen, diese aber, sobald alles Co^4 As verschlackt ist, einen Stich ins Violette vom Beginn einer Nickelverschlackung (aus dem Braun des Nickels und dem Blau des Kobalts) erhalten; auch zeigen sich dann anfangs einige kleine Schüppchen von basisch arsensaurem Nickeloxyd, welche schnell über die Oberfläche eilen und rasch grösser werden. Man lässt erstere noch in den Borax gehen, ehe man die Probe herausnimmt, weil sonst etwas Kobalt zurückbleiben würde. War die Temperatur zu niedrig, so überzieht sich das Korn mit Oxyd, welches die weitere Oxydation verlangsamt; ist sie zu hoch, so bleibt die Oberfläche auch noch blank, wenn schon eine Nickelverschlackung eingetreten ist. Bei geringem Kobaltgehalt entstehen auf der nur kurze Zeit blanken Oberfläche alsbald grüne Schüppchen oder ein Nickelhäutchen; bei viel Kobalt muss man das Korn wiederholt mit frischem Borax behandeln bis zum Eintritt der Nickelschüppchen. Dann wird die Probe herausgenommen, wie bei der Eisenverschlackung abgekühlt, der erstarrte König, Ni^4 As, verwogen und aus demselben der Nickelgehalt berechnet. Bei Abwesenheit von Kupfer ergibt sich das Co^4 As aus der Differenz und daraus der Kobaltgehalt. Co^4 As enthält 61,5% Kobalt und Ni^4 As 60,7 rund 61% Nickel.

Nickel- und Kupferbestimmung.

8) Verfahren bei Anwesenheit von Kupfer. Der

ch der Kobaltverschlackung erhaltene König, welcher
As und Cu^6 As enthält, gibt zwar beim oxydirenden
hmelzen mit Borax das zunächst gebildete basisch arsen-
ure Nickeloxydul an den Borax ab, sobald dasselbe aber
geschieden, bleibt nicht Cu^6 As zurück, sondern letzteres
rliert schon in der letzten Periode der Nickelverschlackung
ien Theil Arsen und somit seine constante Zusammen-
zung, so dass aus dem zurückbleibenden Arsenkupfer der
ipfergehalt nicht berechnet werden kann. Man verfährt
shalb in folgender Weise: auf dem weissglühenden Scher-
n wird statt Borax aufs Nickel kräftiger lösend einwir-
ndes Phosphorsalz eingeschmolzen, nach dem Austreiben
s Krystallwassers der kupfer- und nickelhaltige genau ge-
gene König, mit der 8fachen Menge reinen Goldes beschickt,
einem Skarnitzel aufgesetzt, rasch eingeschmolzen und
nn bei theilweise geöffneter Muffel Luft hinzugelassen.
verschlackt sich alsbald unter Bildung grüner Schuppen
d Häutchen, also mit trüber Oberfläche, arsensaures
ckeloxydul und das ans Kupfer gebundene Arsen, indem das
stere sich mit dem Golde vereinigt, entweicht. Sobald die
obe blank geworden, das Rauchen aufgehört hat und die
rz vorher wohl erschienenen Arsenflämmchen verschwun-
n sind, auch der meergrün aussehende König platt und
m Untersinken in der Schlacke geneigt geworden, so
mmt man die Probe heraus und hat eine Legirung von
upfer und Gold. Sollte bei noch deutlich brauner
ickelschlacke noch ein geringer Nickelgehalt in dem König
rmuthet werden, so kann man denselben nochmals rasch
it Borax antreiben lassen und dann herausnehmen. Phos-
horsalz schmilzt zäher und es treibt darin weniger leicht,
ls in Borax, wenn die Temperatur nicht hinreichend hoch
t; bei einem grösseren Nickelgehalt und dessen schwieriger
erschlackbarkeit muss man zuweilen mehrmals frisches
hosphorsalz anwenden. War nicht Gold genug vorhanden,
o ist das Kupfer nicht gegen Oxydation geschützt, das Korn
iberzieht sich dann nach momentanem Blankwerden mit
iner dünnen Kupferoxydulhaut. Je grösser der Kupferge-
alt gegen den Nickelgehalt, um so mehr Kupfer verschlackt
ich, auch bei grösserem Goldzusatz. Die Grenze der Zuver-

lässigkeit ist nahezu erreicht, wenn Nickel und Kupfer in gleicher Menge vorhanden, und die Probe wird dann zu unsicher. Wird statt des Goldes Silber genommen, so erhält man ganz ungenaue Resultate, weil Arsensilber etwas flüchtig ist, das Kupfer davon weniger vor Verschlackung geschützt wird und das Silber bei zu weit fortgesetzter Oxydation sich selbst verschlackt. Das Phosphorsalz nimmt dann nach Entfernung des Nickels statt der braunen Farbe eine grüne von Kupferoxyd an und in diese mischt sich Emailweiss von verschlacktem Silber.

Zieht man nun von der erhaltenen Goldkupferlegirung den zugesetzten Goldgehalt ab, so ergibt sich direct der Kupfergehalt. Rechnet man diesen auf $Cu^6 As$ (mit 71,7 Cu und 28,3 As) um und zieht dessen Gewicht von dem des ursprünglichen Nickelkupferkönigs ($Ni^4 As + Cu^6 As$) ab, so erhält man das $Ni^4 As$ und daraus den Nickelgehalt.

Bei der Unsicherheit der Nickel- und Kupferbestimmung, namentlich bei vorwaltendem Kupfergehalt, ist der beschriebenen Methode ein combinirter trockner und nasser Weg (WINKLER's Verfahren) oder eine volumetrische Probe oder ein kurzes analytisch-chemisches Verfahren vorzuziehen.

WINKLER's Modificationen.

WINKLER[1]) hat durch Versuche die eben angegebenen Resultate bestätigt, dass bei nickel- und kupferhaltigen Producten durch einen Silber- und Gold-, auch selbst durch einen Platinzusatz die Verschlackung des Kupfers nicht verhindert werden kann. Mit Zuhülfenahme des nassen Weges lässt sich aber bei nachstehendem Verfahren ein genaues Resultat erzielen:

Man wägt so viel Probirgut (10—100 Pfd.) ab, dass ein nicht über 10 Pfd. schweres Kupferkorn erfolgt, digerirt das Abgewogene in einem kleinem Becherglase so lange mit Königswasser, bis Auflösung erfolgt ist und der ausgeschiedene Schwefel eine rein gelbe Farbe angenommen hat. Man filtrirt, wäscht mit kaltem Wasser gut aus, ohne das Filtrat zu sehr zu verdünnen, und setzt zur Ausfällung des Kupfers zur kalten Lösung unter Umrühren von Zeit zu Zeit ein Löffelchen voll Eisenpulver zu. Dieses erhält man durch

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 345.

ihen bis zur aufhörenden Gasentwicklung von 11 entsertem Blutlaugensalz, 4 Eisenoxyd und 3 entwässertem ilensauren Kali, Auswaschen der Schmelze mit heissem sser, bis Silberlösung davon nicht mehr getrübt wird, 1. Trocknen des Eisenpulvers. Aus heisser Lösung wird en Kupfer auch Nickel gefällt und von Zink desgleichen wohl in kalter, wie in heisser Lösung. Nach beendigter llung (nach $\frac{1}{4}$—$\frac{1}{2}$ Stunde) wird das Cementkupfer abrirt, mit kaltem Wasser ausgewaschen, das ins Kochen rachte Filtrat mit Aetzkali versetzt, die niedergeschlage-1 Oxydhydrate, namentlich von Ni, Co und Fe, etwas gewaschen, getrocknet, zur Verbrennung des Filters in er Tute geglüht, dann arsenicirt und wie oben (S. 440) iter behandelt.

Das mit Antimon, Arsen, Eisen etc. verunreinigte Cementkupfer wird unter der Muffel durch Glühen in Oxyd rwandelt, mit 25—50 Pfd. metallischem reinen Antimon d etwas Eisen gemengt, in eine Kupfertute gethan, Fluss schwefelfreie Soda und 1 Weizenmehl) und Borax hinzuthan, eine Kochsalzdecke und obenauf ein Kohlenstückien gegeben und bei allmälig bis zur Weissgluth gesteierter Hitze während 1 Stunde in der Muffel geschmolzen. ei einer wohlgeflossenen grünen Schlacke, in welcher man des Körnchen deutlich liegen sieht, erfolgt ein weisser önig, im Wesentlichen aus Kupfer, Eisen und Antimon estehend. Derselbe wird in einen weissglühenden Gaarcherben in geschmolzenen Borax eingesetzt, das Korn rasch as Treiben gebracht und zunächst das Eisen bei stark chuppender Oberfläche verschlackt. Sobald nach Entfernung es Eisens das Korn blank geworden, lässt man unter Luftutritt das Antimon während einiger Minuten wegdampfen, obei das Kupfer vor Oxydation geschützt ist. Wenn nach erflüchtigung des Antimons sich auf dem Korn eine reenbogenfarbige Haut von oxydirtem Kupfer zeigt (Blicken), o nimmt man die Probe heraus. Das Kupferkorn enthält och 0,1—0,2 % Antimon, ist aber völlig roth auf dem bruche und lässt sich, ohne zu reissen, ziemlich weit auslatten. Wesentlich ist, dass die Kupferkörner nicht zu ross sind (etwa 1—10 Pfd. wiegen), weil sonst leichter

mehr Antimon zurückbleibt und eine grössere Hitze erforderlich ist. Bei gut geleitetem Prozess differiren die Proben höchstens um 5—10 Pfundtheile, während bei der gewöhnlichen Kupferprobe eine Differenz von 100 Pfundtheilen gestattet ist.

B. PLATTNER's Löthrohrprobe.[1])

Quantitative Löthrohrprobe.

Diese Probe beruht auf denselben chemischen Vorgängen, wie die beschriebene Muffelprobe, und erfordert nachstehende Manipulationen:

Rösten.

1) Rösten. Von nickel- oder kobalthaltigen Substanzen, welche Schwefel-, Kupfer- und Arsenkies oder Schwefelantimon, Schwefelwismuth und Schwefelblei beigemengt enthalten, werden ähnlich wie bei der Kupferprobe (Bd. II. S. 311), Quantitäten von 100 Milligr. anfangs ohne, dann wenn sich kein Geruch mehr entwickelt, mit 50—60 Milligr. kohlensaurem Ammoniak abgeröstet. Arsensaure und schwefelsaure Verbindungen müssen mit Kohlenstaub gut abgeröstet werden.

Arseniciren.

2) Arseniciren. Enthält die Probe schon einen hinreichenden Arsengehalt (z. B. Speiskobalt, Hartkobaltkies, Wismuthkobalterz, Kupfernickel, Tombazit, Weissnickelkies, Chloantit, Kobaltblüthe, Kobaltbeschlag, Nickelocher, Nickelspeise, Kobaltspeise), so bedarf es dieser Manipulation nicht, wohl aber bei Erzen etc., in denen Kobalt und Nickel und vielleicht noch andere Metalle zum Theil an Arsen, zum Theil an Schwefel oder vollständig an Schwefel gebunden sind (Kobaltglanz, Glaukodot, Kobaltarsenkies, Antimonnickelglanz, Arsennickelglanz, Amoibit, Kobaltsulphuret, Kobaltkies, Haarkies, Nickelwismuthglanz, Eisennickelkies, aufbereitete Kobalt- und Nickelerze, Bleispeise, nickel- und kobalthaltiger Rohstein und Bleistein). Auch solche Substanzen, in denen Kobalt und Nickel im oxydirten Zustande entweder an Kohlensäure oder Arsensäure oder Kieselsäure oder an andere Metalloxyde und zuweilen zugleich an Wasser ge-

1) PLATTNER, Probirkunst mit dem Löthrohr. 1853. S. 654.

bunden sind (z. B. Kobaltvitriol, Lavendulan, Nickelsmaragd, Pimelith, Erdkobalt, geröstete Nickel- und Kobalterze, geröstete Speisen, arsensaures Kobaltoxydul, Smalte, kobalt- und nickelhaltige Schlacken etc.) bedürfen, nachdem sie vorher erforderlichen Falls geröstet sind (z. B. arsensaures Kobaltoxydul, im Grossen geröstete Kobalt- und Nickelerze, so wie Kobaltvitriol), der Arsenicirung, so wie auch die bei der Analyse ausgefällten gemengten Oxyde des Nickels und Kobalts. Da die Trennung des Nickels und Kobalts vor dem Löthrohre einfacher ist und zu eben so genauen Resultaten führt, als der nasse Weg, so bedient sich PLATTNER des erstern Verfahrens bei der chemischen Untersuchung kobalt- und nickelhaltiger Hüttenproducte. Dieselben werden zur Lösung gebracht, aus derselben durch Schwefelwasserstoff Cu, Pb, As, Sb und Bi ausgefällt, die Flüssigkeit durch Abdampfen concentrirt, das Eisenoxydul in der Kochhitze in Oxyd umgeändert, das Ganze noch bei Zusatz von etwas Schwefelsäure zur Trockne gedampft, die trockne Masse in der Wärme in Wasser aufgelöst, das Eisenoxyd durch kohlensaures Natron als basisch schwefelsaures Eisenoxyd ausgeschieden und hierauf durch Aetzkali Nickel und Kobalt mit etwas Zink und Mangan ausgefällt. Der mit kochendem Wasser ausgesüsste Niederschlag wird nach dem Trocknen und Glühen in Quantitäten von 50 Milligr. arsenicirt.

Das Arseniciren kann auf verschiedene Weise geschehen:

a) Man reibt 100 Milligr. (bei einem Gemenge von Nickel- und Kobaltoxyd nur 50 Milligr.) Probirgut mit 100 Milligr. metallischem Arsen zusammen, erhitzt das Gemenge ausserhalb des Arbeitszimmers in einem bedeckten Thontiegel (Bd. I. Taf. II. Fig. 41) im Kohlenhalter (Bd. I. Taf. II. Fig. 43) bis zum schwachen Rothglühen, wobei sich Arsenmetalle bilden, welche zusammensintern oder schmelzen, während das überschüssige Arsen entweicht. Man lässt dann den aus dem Kohlenhalter genommenen Tiegel erkalten. Bei vorwaltendem Kobaltgehalte bildet sich bei der folgenden Operation sehr strengflüssiges Kobaltarsen, welches sich dadurch leichtflüssiger machen lässt, dass man entweder

schon direct gebildetes Arseneisen oder 15—20 Milligr. Eisenfeile vor dem Arseniciren zusetzt (z. B. bei Kobaltblüthe, Kobaltbeschlag, kobaltoxydreichem Nickeloxyd, Schlacken, die zuweilen Bleioxyd und Kupferoxydul enthalten; auch Smalte vermengt man aus demselben Grunde mit 10—15 Milligr. Eisenfeile.) Einen solchen Zusatz von Eisenfeile oder Arseneisen gibt man auch bei kobalt- und nickelarmen Substanzen, um das zu bildende Arsenkobalt und Arsennickel in einem Korne anzusammeln.

b) Will man das Arseniciren im Arbeitszimmer vornehmen, ohne von Arsendämpfen belästigt zu werden, so erhitzt man das Gemenge von Probemehl und Arsen in einer einseitig geschlossenen Glasröhre in der Flamme einer Spirituslampe bis zum Glühen. Nach dem Erkalten derselben wird die Glasröhre unter dem erhaltenen Sublimat abgeschnitten und das Untertheil der Röhre von den gebildeten Arsenmetallen gereinigt. Um bei reichen Substanzen (Oxyden des Nickels und Kobalts) jeden mechanischen Verlust zu vermeiden, schliesst man ein Gemenge von 50 Milligr. Probemehl und 100 Milligr. Arsen in einem aus feinem Filtrirpapier gefertigten Sodapapiercylinder ein (wie bei der Silberprobe S. 27), thut denselben in eine einseitig geschlossene Glasröhre, in deren offenes Ende spiralförmig aufgerolltes Filtrirpapier gesteckt wird, und erhitzt die Probe in der Spiritusflamme unter stetem Drehen der Röhre so stark, dass sie zum Glühen kommt, aber das Papier bei der Verkohlung nicht anbackt. Sobald sich kein Sublimat mehr bildet, ist die Operation beendigt.

c) FRITZSCHE[1]) thut ein Gemenge von 50 Milligr. Probirgut mit 100 Milligr. arsensaurem Kali und 30 Milligr. Boraxglas in einen Sodapapiercylinder und erhitzt das Gemenge ausserhalb des Zimmers in einem Kohlentiegelchen (Bd. I. Taf. II. Fig. 39) so lange mit der Reductionsflamme, bis sich die gebildeten Arsenmetalle zu einem Korne vereinigt haben und die Schlacke von der Kohle eingesogen ist.

Solvirendes Schmelzen.

3) Solvirendes Schmelzen und Vereinigung der Arsenmetalle zu einem Korne. Um die im ar-

1) PLATTNER's Löthrohrprobirkunst. 1853. S. 679.

senicirten oder im rohen, hinreichend arsenhaltigen Probegut vorhandenen Erden zu verschlacken und die Arsenmetalle in einem Korne anzusammeln, unterwirft man ersteres einem Schmelzen mit Fluss- und Reductionsmitteln und verfährt dabei etwas abweichend, je nachdem das Probegut Wismuth oder Blei enthält und diese Metalle mit bestimmt werden sollen.

a) Die Probe ist frei von Wismuth und Blei oder es soll auf deren Bestimmung keine Rücksicht genommen werden.

α) Man schüttet auf die nach Umständen geröstete und arsenicirte Substanz, von welcher im rohen Zustande 100 Milligr. genommen waren, 300 Milligr. des Bd. II. S. 23 angegebenen Fluss- und Reductionsmittel in einen Thontiegel (falls das Arseniciren nicht schon im Thontiegel geschehen), drückt letzteres etwas nieder, thut darauf 3 Löffelchen voll (etwa 600 Milligr.) Kochsalz und schmilzt nach Art einer Bleiprobe (Bd. II. S. 23) bei gegen das Ende so hoch gesteigerter Hitze, dass die Arsenmetalle zu einem Korne zusammengehen, was nach 4—5 Minuten geschehen zu sein pflegt. Nachdem die Schlacke völlig dünnflüssig geworden und das flüssige Metallkorn durch dieselbe hindurch am Boden des Tiegels gesehen werden kann, lässt man die Probe erkalten und entschlackt das Korn vorsichtig.

β) Von Substanzen, welche eines vorherigen Arsenicirens nicht bedurften (die S. 448 angegebenen), erhitzt man (mit Ausnahme von Kobaltblüthe, Kobaltbeschlag und Nickelocher, welche nach dem vorigen Verfahren *α*) behandelt werden) 100 Milligr. mit 50 Milligr. Soda und 15 Milligr. Boraxglas im Sodapapiercylinder in einer Kohlengrube oder im Kohlentiegelchen bei einer reinen, mässig starken Reductionsflamme so lange, bis sich die Metalltheile zu einer Kugel vereinigt haben und eine flüssige Schlacke erfolgt ist, welche sich bei einem geringen Eisen- und Schwefelgehalt der Probe in die Kohle ziehen kann. Bei einem bedeutenden Eisengehalt muss das Metallkorn durch schnelles Abkühlen in Wasser von der Schlacke befreit werden.

Nach diesem Verfahren behandelt man auch die auf

analytischem Wege abgeschiedenen Gemenge von Kobalt- und Nickeloxyd (S. 449), nachdem dieselben in Quantitäten von 50 Milligr. arsenicirt worden, mit 50 Milligr. Soda und 15—20 Milligr. Boraxglas.

b) Die Probe enthält Wismuth oder Blei, welche bestimmt werden sollen.

α) Wird das sub 3) a) α) angeführte Verfahren (S. 451) angewandt, so thut man zu den Arsenmetallen im Thontiegel etwa 20 Milligr. Eisendraht und 50—100 Milligr. in Stückchen geschnittenes feines Silber und verfährt wie bei der Wismuthprobe (Bd. II. S. 819). Nachdem das gebildete blei- und wismuthhaltige Silberkorn von den Arsenmetallen auf mechanischem Wege getrennt worden, schmilzt man letztere nebst der von der Legirung zuletzt abgeschiedenen Schlacke mit einem Zusatz von Kohle auf Soda oder in einem Kohlentiegel im Reductionsfeuer zum Korne.

β) Bei Anwendung des sub 3) a) β) beschriebenen Verfahrens wird zur Bestimmung eines Wismuth- und Bleigehaltes die von einem Ueberschusse an Arsen befreite Substanz, wie vorhin angegeben, mit alkalischen Fluss- und Reductionsmitteln und einem Zusatz von Eisen und Silber nach Art einer Wismuthprobe geschmolzen und nach Entfernung des wismuthhaltigen Silberkorns von den Arsenmetallen letztere auf Kohle in einer hinreichend tiefen Grube oder in einem Kohlentiegel mit etwas Soda und Borax im Reductionsfeuer zusammengeschmolzen.

[...]sarseniciren. 4) Verflüchtigung des überschüssigen Arsens aus den Arsenmetallen. Die bei der vorigen Operation in Gestalt eines Kornes erhaltenen Arsenmetalle werden, um alles überschüssige Arsen zu entfernen und dadurch die Verbindungen des Co und Ni mit As in Co^4As und Ni^4As umzuändern, für sich auf Kohle in einem schwachen Reductionsfeuer in einem Grübchen umgeschmolzen, wobei man nur so stark blasen darf, als eben nöthig ist, um das Metallkorn mit blanker Oberfläche flüssig zu erhalten. Sobald dasselbe keine Arsendämpfe mehr ausstösst, wird es von der Kohle genommen und gewogen. Dasselbe kann Fe, Co, Ni und Cu, an As gebunden, enthalten.

5) Scheidung der Arsenmetalle und Bestimmung des Kobalts und Nickels.

Scheidung der Arsenmetalle.

a) Bei kupferfreien Substanzen. Man schmilzt das Metallkorn mit einer bereits geschmolzenen Boraxperle in einem flachen Grübchen auf Kohle so lange in der Reductionsflamme, bis dasselbe in eine rotirende Bewegung geräth, leitet das Aeussere der Oxydationsflamme auf das Boraxglas, wobei sich zuerst Arseneisen oxydirt und bei richtiger, nicht zu starker Hitze die vom Glase freie Oberfläche der flüssigen Metallkugel mit einer Kruste von basisch arsensaurem Eisenoxydul sich bedeckt, welche unter Entwicklung von Arsendämpfen vom Borax aufgenommen wird und diesem eine dunkelgrüne bis schwarze Farbe ertheilt. Scheint sich nach ein paar Minuten die Metalloberfläche nicht mehr mit einer Haut zu überziehen, entwickeln sich aber reichlich Arsendämpfe, so unterbricht man das Blasen und nimmt das Korn von der Schlacke weg, die mit einer Boraxperle an Platindraht Eisenreaction gibt.

Man wiederholt die Operation mit neuen Boraxzusätzen nach jedesmaliger Sättigung derselben so oft, bis das Metallkorn ganz blank wird, Arsendämpfe auszustossen anfängt und die Schlacke einen Stich in Blau erhält. Das Korn wird hierbei durch Einwerfen in kaltes Wasser abgeschreckt, um dasselbe durch Reiben zwischen den Fingern leicht von der Schlacke befreien zu können. Wird hierauf das Korn auf Kohle in einem Grübchen einer schwachen Reductionsflamme so lange im flüssigen und mit blanker Oberfläche versehenen Zustande ausgesetzt, bis keine Arsendämpfe mehr ausgestossen werden, so hat sich eine constante Verbindung von $Co^4 As$ mit 61,5 Co und von $Ni^4 As$ mit 60,7 gebildet, welche ausgewogen wird Man setzt jetzt die Behandlung des Korns mit Borax in der vorhin angegebenen Weise so lange fort, bis sich auf dem geschmolzenen vorher blanken Metallkorne ein apfelgrüner Ueberzug von basisch arsensaurem Nickeloxydul erzeugt und die blaue Farbe des Boraxglases in Dunkelviolett übergeht, welche Farbe von einer [illegible]einigung des Kobaltblaues mit dem Nickelbraun herrührt. [illegible] den genannten grünen Ueberzug zu erhalten, [illegible]mperatur angewandt werden. Derselbe

deutet an, dass man es jetzt nur noch mit $Ni^4 As$ zu thun hat. Zieht man das Gewicht desselben von dem ursprünglichen Gewichte des Gemenges von $Co^4 As$ und $Ni^4 As$ ab, so erhält man das Gewicht des $Co^4 As$, aus welchem, so wie aus dem $Ni^4 As$, der Metallgehalt durch Rechnung gefunden werden kann. Die Verschlackung des Kobalts geht langsamer als die des Eisens vor sich und erfordert wiederholte frische Boraxzusätze.

Enthält die Substanz Silber, so sammelt sich dieses in dem Arsennickel an, und es muss, um dasselbe in Abzug bringen zu können, eine Ansiedeprobe (S. 27) damit vorgenommen werden. Gelangte die nickelhaltige Substanz im rohen Zustand und ohne Zusatz von Eisen und Silber zur Schmelzung, so bringt man dasselbe als Schwefelsilber (weil es als solches im Arsennickel vorhanden ist) in Abzug, wurde dagegen die geröstete und arsenicirte Substanz mit einem Zusatz von Eisen und Silber geschmolzen, als metallisches Silber von dem mitausgebrachten Wismuth (Bd. II. S. 819).

b) Bei kupferhaltigen Substanzen. Die Abscheidung des Arseneisens und Arsenkobalts geschieht wie vorhin, es bleibt dann ein Gemenge von $Ni^4 As$ und $Cu^6 As$ zurück, von welchen beiden bei Behandlung des Korns in der früher angegebenen Weise mit Borax sich zwar das $Ni^4 As$ zuerst verschlackt, aber dabei ein Theil des ans Cu gebundenen As weggeht, so dass es nicht möglich ist, aus dem zurückbleibenden Arsenkupfer den Kupfergehalt, so wie den Betrag des wirklich verschlackten Arsennickels durch Rechnung zu finden. Man erlangt indessen ein befriedigendes Resultat, wenn bei geringerem Kupfergehalt die Verbindung von $Ni^4 As$ und $Cu^6 As$ bei Zusatz eines, je nach der Menge des Kupfers 60—100 Milligr. schweren Goldkornes so lange auf Kohle mit Borax behandelt wird, bis alles $Ni^4 As$ verschlackt, das mit dem Kupfer verbunden gewesene As verflüchtigt ist und die gebildete Legirung von Cu und Au sowohl in der Hitze, als unter der Abkühlung blank erscheint.

Kräftiger als Borax wirkt Phosphorsalz und es sind bei der schwierigen Verschlackbarkeit des Arsennickels mehrmalige Zusätze davon erforderlich. Gegen das Ende nimmt

man zur schnellern Verflüchtigung des Arsens wieder Borax. Aus dem goldhaltigen Kupferkorn, welches sich, ohne Risse zu bekommen, ausplatten lassen muss, lässt sich der Kupfergehalt durch das Mehrgewicht des Goldes finden. Zur Bestimmung des Nickelgehaltes berechnet man das gefundene Kupfer als Cu^6 As, zieht dessen Gewicht von dem Gesammtgewicht des probirten Ni^4 As und Cu^6 As ab und erhält so das Gewicht des Ni^4 As, aus welchem sich der Nickelgehalt leicht berechnen lässt.

Auch auf nassem Wege kann eine Trennung des Nickels vom Kupfer in ihren Arsenverbindungen geschehen. Man bringt dieselben durch ein Gemisch von 3 Theilen verdünnter Schwefelsäure und 1 Theil Salpetersäure zur Lösung, fällt durch Schwefelwasserstoffgas Kupfer und Arsen aus, entfernt durch Erhitzen des abfiltrirten und getrockneten Niederschlages das Schwefelarsen, schmilzt den kupferhaltigen Rückstand mit dem 6—8fachen saurem schwefelsauren Kali, zieht aus der geschmolzenen Masse das schwefelsaure Kupferoxyd aus, fällt aus der Lösung das Kupferoxyd durch Aetzkali und schmilzt den geglühten Niederschlag mit 50 Milligr. Soda und 25 Milligr. Boraxglas in einem Sodapapiercylinder auf Kohle oder im Kohlentiegel mit einem genau gewogenen Goldkorn im Reductionsfeuer, wobei sich das Kupferoxyd reducirt und das Mehrgewicht des Goldes den Kupfergehalt angibt.

Aus der vom Schwefelwasserstoff-Niederschlag getrennten Flüssigkeit wird das Nickel in bekannter Weise durch Aetzkali ausgefällt, filtrirt, ausgesüsst, geglüht und als Nickeloxydul (mit 78,7 % Ni) bestimmt oder der getrocknete Niederschlag mit 50 Milligr. Soda, 25 Millgr. Borax und einem genau gewogenen Goldkörnchen im Sodapapiercylinder auf Kohle bis zur erfolgten Reduction und Vereinigung des Nickels mit dem Gold im Reductionsfeuer erhitzt. Das Mehrgewicht des Goldes zeigt den Nickelgehalt an.

Dieses Verfahren zur Kupfer- und Nickelbestimmung ist umständlicher, als das auf trocknem Wege.

Kupferreiche Substanzen (Antimonnickel, nickel- und kobalthaltiges Schwarzkupfer, dergleichen Kupfersteine und Schlacken, Neusilber etc.) lassen

sich nach den beschriebenen Verfahrungsarten nicht ohne Weiteres behandeln, sondern müssen zuvor auf nassem Wege zerlegt werden.

Von antimonreichen Verbindungen behandelt man 100 Milligr. mit Salpetersäure, filtrirt die Lösung von der ausgeschiedenen antimonigen Säure ab, fällt aus dem Filtrat Nickel- und Kobaltoxyd durch Aetzkali aus, und behandelt sie, wie S. 449 angegeben ist.

Die übrigen hierher gehörigen kupferreichen Verbindungen zerlegt man in Quantitäten von 100 Milligr. oder mehr mittelst Salpetersäure oder Königswasser, behandelt die entstandene Lösung mit Schwefelwasserstoff, filtrirt die Schwefelungen ab, verwandelt das im Filtrat enthaltene Eisenoxydul durch Zusatz von Salpetersäure in der Kochhitze in Oxyd und fällt durch Aetzkali die in der Lösung befindlichen Oxyde aus, welche nach S. 449 weiter behandelt werden. Kupfer und Blei können in dem Schwefelwasserstoff-Niederschlag nach bekannten Methoden bestimmt werden.

II. Nickelproben auf nassem Wege.

[Künzel's Methode.]

1) Künzel's Titrirmethode[1]) für Kupfer und Nickel. Man löst die Substanz in Königswasser, dampft zur Trockne, erhitzt den Rückstand zur Abscheidung von Kieselsäure auf 120—150°, löst in Salzsäure, scheidet das Eisen in der Kochhitze mit essigsaurem Natron oder kohlensaurem Baryt, weniger gut durch Ammoniak ab, filtrirt, versetzt die Lösung mit viel Ammoniak, erhitzt sie zur Kochhitze im Kolben und setzt so lange titrirte Schwefelnatriumlösung hinzu, bis alles Kupfer gefällt ist, was man durch Behandlung eines Tropfens Lösung mit feuchtem Schwefelzink erfährt. Bei noch anwesendem Kupfer wird das Schwefelzink in Folge von Schwefelkupferbildung schwarz, und zwar reagirt eine ammoniakalische Lösung mit $^1/_{10000}$ Kupfer noch auf feuchtes Schwefelzink. Mit derselben Schwefelnatriumlösung titrirt man das Nickel und erkennt das Reactionsende daran, dass eine ammoniakalische Silberlösung oder Nitroprussid-

1) Erdm. J. f. pr. Chem. Bd. 88. S. 486.

natrium von einem Tropfen Lösung gefärbt wird, was bei einem Ueberschuss von $^1/_{20000}$ Schwefelnatrium schon der Fall ist.

Zur Bereitung des Schwefelzinks löst man Zink in Salzsäure, übersättigt mit Ammoniak, kocht zur Abscheidung von Blei mit ein wenig Schwefelzink, filtrirt, setzt Schwefelnatrium bis zur nicht völligen Ausfällung des Zinks hinzu, vertheilt den Brei von Schwefelzink und überschüssiger Zinklösung auf zusammengeschlagenem Filtrirpapier, wobei das Wasser angesogen wird und das feuchte Schwefelzink in geeigneter Beschaffenheit zurückbleibt.

WINKLER Probe.

2) WINKLER's Titrirmethode[1]) für Nickel und Kobalt. Man bestimmt zunächst den Gesammtgehalt an Nickel und Kobalt, dann letzteres durch eine besondere Probe. Man löst die Probesubstanz, fällt durch Schwefelwasserstoffgas As, Cu, Pb, Bi etc., erhitzt das Filtrat zum Kochen, oxydirt nach Austreibung des SH das Eisen mit chlorsaurem Kali, fällt dasselbe nebst Thonerde durch essigsaures Natron, wobei leicht etwas Nickel mitfällt, filtrirt, verdünnt auf ein gewisses Volum und misst zwei gleiche Portionen ab, einmal zur Bestimmung des Nickel- und Kobaltgehaltes zusammen, dann des Kobalts allein. Man übersättigt den einen Theil mit Ammoniak und bestimmt mittelst einer titrirten Schwefelnatriumlösung nach KÜNTZEL's Verfahren (S. 456) Kobalt und Nickel zusammen. Ein Zusatz von Salmiak und häufiges Schwenken des Kolbens befördert das Abflocken der Schwefelmetalle, wodurch das Reactionsende mittelst der ammoniakalischen Silberlösung oder Nitroprussidnatriums leichter zu erkennen.

Die andere Hälfte der abgemessenen Lösung wird mit etwas Chlorbarium versetzt, um etwa vorhandene Schwefelsäure abzuscheiden, zur kalten Lösung, ohne den schwefelsauren Baryt abzufiltriren, nasses gelbes Quecksilberoxydhydrat hinzugefügt und die neutrale Lösung von Chlornickel und Chlorkobalt so lange mit titrirter Chamäleonlösung versetzt, bis die Flüssigkeit vom letzten Tropfen zwiebelroth gefärbt wird. Das Chamäleon verändert nämlich

1) ERDM. J. f. pr. Chem. Bd. 92. S. 450. — FRESENIUS' Zeitschr.

Nickelchlorür nicht, setzt sich aber mit Kobaltchlorür in Kobaltoxydhydrat und Mangansuperoxydhydrat um, welche ausgeschiedenen Substanzen das in der Flüssigkeit schwebende Quecksilberoxydhydrat bräunen. In 1000 Theilen Nickel kann auf diese Weise noch 1 Theil Kobalt nachgewiesen werden. Indem man während des Titrirens zuweilen eine frische Portion Quecksilberoxyd zusetzt, reisst dieses die ausgeschiedenen Oxydhydrate rascher mit zu Boden.

Um reines Nickel und Kobalt zur Titrestellung zu erhalten, sublimirt man nickelfreies Kobaltchlorür und kobaltfreies Nickelchlorür und reducirt die Chlormetalle bei starker Hitze im Wasserstoffstrom. Diese Probe hat ihre Schwierigkeiten.

Analytische Methode.

3) Analytisches Verfahren zur Trennung von Kobalt und Nickel. Man scheidet die übrigen Körper wie unter 2) ab, neutralisirt die möglichst concentrirte Lösung von Kobalt und Nickel mit Kali, säuert mit Essigsäure an, nachdem eine concentrirte Lösung von salpetrigsaurem Kali hinzugefügt, und lässt 24 Stunden stehen. Den abfiltrirten gelben Niederschlag von salpetrigsaurem Kobaltoxydkali wäscht man mit Chlorkaliumlösung aus, löst ihn in Salzsäure und fällt das Kobalt durch Aetzkali. Aus der nickelhaltigen Lösung wird das Nickel durch Aetzkali gefällt.

Allgemeines.

§. 137. Darstellungsmethoden des Nickels. Die Darstellung des metallischen Nickels geschieht meist in Fabriken nach zum Theil geheim gehaltenen Methoden seltener auf trocknem, als auf nassem Wege aus Producten, in welchen man auf Hüttenwerken aus nickelhaltigen Erzen das Nickel absichtlich concentrirt (Leche, Speisen) oder in denen sich bei Gewinnung anderer Metalle ein geringer, in den Erzen zuweilen kaum nachweisbarer Nickelgehalt concentrirt hat (Schwarzkupfer, nickelhaltige Kupferverblase- und Gaarschlacken). Selten verarbeitet man die Erze direct auf Nickel, ohne vorherige Stein- oder Speise-Bildung.

Concentrationsschmelzen auf Stein oder Speise.

Als Concentrationsmittel für dasselbe dienen meist Schwefeleisen oder Arsen und, soll gleichzeitig ein Kupfergehalt ausgeschieden werden, Schwefel und Arsen gemeinschaftlich, so dass Nickelspeise und Kupferstein entstehen.

Bei einem Kupfergehalt der Erze stellt man zuweilen durch passende Combination des trocknen und nassen Weges statt metallischen Nickels Legierungen von Kupfer und Nickel dar.

I. Abtheilung.

Concentrationsschmelzen mit Nickelerzen.

Zweck.

§. 138. Allgemeines. Dieses bezweckt die Ansammlung des Nickels in einem Stein, in Speise oder in Schwarzkupfer.

ERSTER ABSCHNITT.

Concentrationsschmelzen auf Stein.

Anwendbarkeit dieser Methode.

§. 139. Allgemeines. Dieses Verfahren ist hauptsächlich in Anwendung beim Vorkommen des Nickels in geschwefelten Erzen, namentlich in Schwefelkies und Magnetkies, und beruht darauf, dass bei einem reducirenden

Theorie.

und solvirenden Schmelzen des theilweise gerösteten Erzes mit Quarz oder kieselerdereichen Substanzen das beim Rösten oxydirte Eisen grösstentheils verschlackt wird, während das ebenfalls oxydirte, aber etwas leichter reducirbare Nickeloxyd metallisch wird und sich in dem Stein concentrirt, welcher aus den unzersetzten Schwefelmetallen und den reducirten schwefelsauren Salzen entsteht. Eine zwischen Singulo- und Bisilicat liegende Schlacke gestattet eine gute Absonderung des Steins. Enthält das Erz gleichzeitig Kupfer, so wird dasselbe bei seiner grösseren Verwandtschaft zum Schwefel noch vollständiger im Stein concentrirt, als Nickel. Die Röstung muss so stark getrieben sein, dass das oxydirte Eisen möglichst als Oxyd vorhanden ist, welches sich dann zu Oxydul reducirt und verschlackt wird. Ist zu viel Eisenoxydul im Röstgut vorhanden, so geht dieses

in Berührung mit Kohle rasch in metallisches Eisen über, welches dann vom Stein aufgenommen wird oder sich als nickelhaltige Eisensau abscheidet. Durch Wiederholung des Röstens und reducirend-solvirenden Schmelzens des Steins lässt sich das Eisen immer mehr und mehr abscheiden. Bei Anwendung von Schachtöfen tritt hierbei, ganz wie bei Kupferhüttenprozessen (II. 362, 516) etwas leichter als in Flammöfen der Uebelstand ein, dass bei zuweit getriebener Röstung neben Stein metallische Ausscheidungen (nickel- und eisenhaltiges Schwarzkupfer, nickelhaltige Eisensauen) entstehen, welche sich schwieriger als jener auf Nickel verarbeiten lassen, weshalb man für die Steinconcentrationen, wenngleich auch die Anreicherung des Nickels weniger rasch vor sich geht, Flammöfen den Schachtöfen vorzieht. Auch hat nach den Beobachtungen von STAPFF [1]) die Zustellung der letzteren einen wesentlichen Einfluss auf den Erfolg. Bei Brillenöfen (I. 437) bildeten sich am leichtesten kupferoxyd- und nickelreichere Schlacken und ein eisenreicherer Stein, weil mehr reducirende Gase im Ofen aufsteigen, diese ausser Nickel- und Kupferoxyd auch Eisenoxyd reduciren, welches wieder in den Stein geht oder Eisensauen bildet, während die für das nun reducirte Eisenoxydul bestimmte Kieselsäure statt des letzteren Nickel- und Kupferoxydul aufnimmt. Die günstigsten ökonomischen Resultate und den reinsten Ofengang gaben Tiegelöfen (I. 435); Sumpföfen (I. 440) gingen weniger rein.

[Schmelzen in Schacht- und Flammöfen.]

Auf anderen Hütten (Dillenburg) haben Brillenöfen dieselben Vortheile wie beim Kupfererzschmelzen (II. 360) gewährt.

[Verblasen des Steins.]

Zur möglichst vollständigen Entfernung des Eisens, dessen Abscheidung bei der Darstellung des metallischen Nickels grosse Schwierigkeiten macht, wird der im Schachtofen concentrirte Stein einem oxydirenden Schmelzen bei Gebläseluft (Verblasen im Spleissofen oder Gaarherd) ausgesetzt. Ebenso wirksam für die Entfernung des Eisens, wenn nicht noch wirksamer und ohne Verlust von Kupfer und Nickel

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 352.

in der Schlacke und ohne einen Fall von metallischen Massen (Schwarzkupfer, Nickelsauen) fürchten zu müssen, ist ein Concentriren des gerösteten Steins im Flammofen bei Zuschlag von Quarz, Schwerspath oder Glaubersalz und etwas Kohle. Letztere verwandelt den Schwerspath in Schwefelbarium, welches in der Beschickung vorhandenes oxydirtes Kupfer und Nickel schwefelt unter Bildung von Baryterde, welche mit Eisenoxydul und Quarz eine leichtflüssige Schlacke bildet.

Bei der Darstellung des Nickels aus solchen Lechen wird eine theilweise Trennung des Nickels von den andern Metallen meist durch ein Rösten der Leche schon angebahnt, wobei schwefelsaure Salze entstehen, welche sich mehr oder weniger leicht in Oxyde umwandeln, am leichtesten Eisen-, schwieriger Kupfer- und am schwierigsten Nickelvitriol (I. 21, 25). Durch Auslaugen mit Wasser (Klefva) oder Säuren (Dillenburg) lösen sich dann resp. die Sulphate und Oxyde in verschiedenem Grade (I. 54). ZENNER empfiehlt, aus Schwefelmetallen, nachdem dieselben zur Entfernung eines etwaigen geringen Arsengehaltes geglüht, mit verdünnter Schwefelsäure den grössten Theil des Schwefeleisens auszuziehen, wobei Schwefelnickel und Schwefelkobalt unangegriffen bleiben.

§. 140. Beispiele.

Dillenburg.

1) Zu Dillenburg[1]) im Nassauischen werden kupfernickelhaltige Schwefelkiese (S. 437), nach SCHNABEL mit 44,52 Fe, 6,13 Ni (4—6%), 5,39 Cu (5—6%) und 43,96 S, in überwölbten Stadeln 4—5 Tage geröstet (I. 390), dann in Brillenöfen von 1,4 Met. Höhe, 0,55 Met. Breite und 0,70 Met. Weite mit Koks meist ohne Zuschläge (wenn die im Erz vorhandene Kiesel-, Thon- und Kalkerde mit dem Eisenoxydul eine passende Schlacke geben, sonst schlägt man wohl auf 1 Karren = 250—300 Pfd. Röstgut 3 Füllbleche à 50 Pfd. Schlacken von der eigenen Arbeit, 13 Pfd. Kalkspath und 6 Pfd. Quarz zu), verschmolzen auf etwa 19,8%

1) Mittheil. d. Gewerbev. f. Nassau 1859. Nr. 14, 15. — B. u. h. Ztg. 1860. S. 277; 1864. S. 58. — DINGL. Bd. 155. S. 362.

Rohstein mit 19 Cu, 13 Ni, 35 Fe und 33 S (siehe auch Bd. I. S. 756), Schlacke (38.56 S̈i, 7.16 Äl, 35.64 Ḟe, 13.55 Ċa, 4,79 Ṁg) mit 0,58 % Ċu und Spuren Ṅi (I. 863), Ofenbrüche, bei spätern Schmelzungen wieder zugesetzt, und Eisensauen mit 41,5 Fe (I. 803), welche, wenn sie nicht zu gross sind, wieder mit verschmolzen, sonst zuvor geröstet und auf dem Kupfergaarherd verblasen werden, wo dann ein solches Product z. B. 20.1 Fe, 23.7 Cu, 2.55 Co und 27.81 Ni enthielt. Der in Stadeln 3—4 mal geröstete Rohstein wird, und zwar 1 Karren (300 Pfd.) mit 200 Pfd. Nickelschlacken und 12 Pfd. grobgepochtem Quarz im Brillenofen auf Concentrationsstein mit 24—25 Ni, 39 Cu (32—36), 12 Fe (18—25) und 25 S (I. 756) durchgeschmolzen und dieser während einiger Stunden im 2förmigen Verblaseofen oxydirend geschmolzen, wobei in dem erhaltenen verblasenen oder raffinirten Stein (I. 756) der Eisengehalt auf 5—2 % herabgeht und nur so viel Schwefel darin bleibt, dass er behuf der Zerkleinerung hinreichend spröde ist. Ein solcher Stein, der auf eine Nickelkupferlegirung für die Argentanbereitung verarbeitet wird, enthielt z. B. 35 Ni, 43 Cu, 2 Fe, 20 S.

Gladenbach. 2) Zu Gladenbach[1]) in Hessen wird nickelhaltiger Schwefel- und Kupferkies mit 3,4 % Cu und 1,7 % Ni mit Koks im Schachtofen auf Rohstein verschmolzen, dieser in Stadeln 4—5 mal geröstet, auf Concentrationsstein durchgestochen und letzterer mit Koks im kleinen Gaarherd verblasen, wobei ein Product mit 60 % Nickel, Kupfer und etwas Schwefel erfolgt. Die Zusammensetzung der Producte von diesen Schmelzungen ist Bd. I. S. 756 und 863 mitgetheilt.

Klefva. 3) Zu Klefva[2]) in Småland verschmilzt man mit Kupferkiesen gemengte nickelhaltige Magnetkiese mit durchschnittlich 1,22 % Cu und 3,05 % Ni auf Rohstein (I. 756),

1) B. u. h. 1856. S. 301.
2) Bredberg in Erdm. J. f. ök. Chem. V. 237; Erdm. J. f. pr. Chem. Bd. 53. S. 242; Bd. 54. S. 81; B. u. h. Ztg. 1852. S. 76. — Stapff in B. u. h. Ztg. 1858. S. 353, 377.

welcher nach 3maliger Röstung in Stadeln (I. 757) auf Concentrationsstein (I. 756) und Schlacke (I. 863) in Tiegelöfen verschmolzen wird. Von den Vortheilen des Tiegelofenschmelzens vor demjenigen in Sumpf- und Brillenöfen war schon (S. 460) die Rede.

Varallo.

4) Zu Varallo[1]) in Piemont wird Magnetkies mit 5% Nickel auf einen verkäuflichen Lech mit 50% Ni durchgestochen. Man producirt jährlich 1000 Zollctr. Stein.

ZWEITER ABSCHNITT.

Concentrationsschmelzen auf Speise.

Theorie.

§. 141. Allgemeines. Unterwirft man eine im wesentlichen aus Nickel, Eisen und Arsen enthaltende Verbindung nach vorheriger nicht völliger Abröstung einem reducirenden und solvirenden Schmelzen, so wird das oxydirte Eisen grossentheils verschlackt, das oxydirte Nickel zu Metall, so wie vorhandene arsensaure Salze zu Arsenmetallen (Speise) reducirt und in diesen sammelt sich das Nickel bei seiner grossen Verwandtschaft zum Arsen, welche grösser als die zum Schwefel (S. 459) ist, an. Kommt gleichzeitig Kupfer im Erz vor, so geht dieses in die Speise, lässt sich aber in einem besonderen Producte, einem Stein, grossentheils anreichern, wenn man neben Arsenkies einen Schwefelgehalt durch Zuschlag von Schwefelkies in die Beschickung bringt. (Verschmelzen von Kupferverblasenschlacke in Freiberg und Altenau). Durch Wiederholung des Röstens und des solvirenden Schmelzens oder eines Verblasens (Oker) der Speise lässt sich der Eisengehalt immer mehr abscheiden, und zwar gelingt dies nach zuerst in Freiberg[1]) gemachten Erfahrungen besonders vortheilhaft bei einem Zuschlag von Schwerspath (oder Glaubersalz) und Quarz zur rohen oder

---

1) Oestr. Ztschr. 1861. S. 406. Revue univers. 5 an. 4 livr. p. 186.
2) B. u. h. Ztg. 1849. S. 182. Grützner, die Augustin'sche Silberextraction. 1849. S. 182.

bei anwesendem Blei schwach gerösteten Speise (Freiberg, Altenau).

Das Arseneisen scheint dabei den schwefelsauren Baryt zu Schwefelbarium zu reduciren, welches vorhandenes Arsenkupfer in Schwefelkupfer verwandelt. Dieses sondert sich in Verbindung mit etwas Schwefeleisen als Kupferstein von den durch Schwerspath nicht zerlegten Arsenverbindungen des Nickels und Kobalts (Speise) ab, während der grösste Theil des Eisenoxyduls mit Baryterde in die Schlacke geht. Bei richtiger Schwerspathmenge ist der Stein fast frei von Nickel und Kobalt.

Material für die Concentration.

Der Concentration durch Arsen unterwirft man besonders:

a) Nickelerze, welche ihren Nickelgehalt hauptsächlich an Arsen gebunden haben (Sangerhausen etc.);

b) antimon- und arsenhaltige Speisen[1]), welche bei Blei-, Silber- und Kupfergewinnungsprozessen (I. 759) gefallen sind (Freiberg, Unterharz etc.);

c) arsenfreie Hüttenproducte, z. B. nickelhaltige Kupferverblase- oder Gaarschlacken (Freiberg, Altenau etc.), Nickelsteine (früher in Dillenburg).

Als Arsenicirungsmittel dienen hauptsächlich Arsenkies $\dot{F}e + Fe\,As$, welcher beim Erhitzen unter Bildung von $2\,\dot{F}e$ nahezu ein Atom As = 46 % abgiebt; seltener wegen ihrer Flüchtigkeit gediegen Arsen (Scherbenkobalt, Fliegenstein) und kaum wohl arsenige Säure.

§. 142. Beispiele für das Verschmelzen arsenhaltiger Nickelerze auf Speise.

Sangerhausen.

1) Zu Sangerhausen[2]) im Mansfeldschen verschmilzt man die auf Rücken des Kupferschieferflötzes vorkommenden unaufbereiteten schwerspäthigen Nickelerze, hauptsächlich Kupfernickel, mit 1 % Flussspath, 2 % Thon, 4 % Quarzsand und nickelreicher Schlacke von der vorigjährigen Arbeit in einem 6 Fuss hohen und 1 Fuss weiten Sumpfofen auf etwa 46 % verkäufliche Nickelspeise (I. 760) mit

1) Analysen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 323.
2) B. u. h. Ztg. 1864. S. 59.

40% Nickel. Zum Verschmelzen von 1 Ctr. Erz geht 1 Tonne Kohlen. Ist die Speise statt feinkörnig grobkörnig und flammig, so muss wegen zu hohen Eisengehaltes an Flussspath abgebrochen werden. Nach HAMPE enthielt eine solche Speise 59.72 Ni, 0.48 Cu, 0.61 Fe, 37.55 As und 1.90 S. Das beim Schmelzen erfolgende Gekrätz wird am Ende der Schmelzcampagne auf eine unreinere, Schwefel und Eisen enthaltende Speise durchgestochen, welche nach vorheriger Röstung nochmals verschmolzen wird. Man verarbeitet jährlich etwa 200 Ctr. Erze.

Schladming

2) Zu Schladming[1]) werden die metallreichen Nickelerze mit 12% Ni auf Rohspeise und diese mit reicheren Stufferzen zusammen auf Raffinirspeise verschmolzen.

Birmingham

3) Zu Birmingham[2]) werden Ungarische Nickelerze (S. 436) mit 6% Ni und 3% Co schwächer (dann mit 22,01 $\dot{\mathrm{N}}\mathrm{i}$, 1,56 $\dot{\mathrm{C}}\mathrm{o}$, 38.38 As, 15.09 S und 27.79 $\bar{\ddot{\mathrm{F}}}\mathrm{e}$) oder stärker geröstet (ein solches Erz enthielt z. B. 54.5 $\dot{\mathrm{N}}\mathrm{i}$, 5.50 $\dot{\mathrm{C}}\mathrm{o}$, 21.25 $\bar{\ddot{\mathrm{F}}}\mathrm{e}$, 1.25 $\bar{\ddot{\mathrm{A}}}\mathrm{l}$, 6.65 $\dot{\mathrm{C}}\mathrm{u}$, 1.25 As, 5.37 $\dddot{\mathrm{S}}\mathrm{i}$), im Flammofen mit etwas Kreide und Flussspath bis zum Weissglühen erhitzt, die entstandene Schlacke abgezogen, die Speise abgestochen, mit kaltem Wasser übergossen, gemahlen, 12 Stunden lang geröstet und dann auf Nickel verarbeitet.

4) Camsdorfer[3]) Nickelantimonglanz, mit Bleiglanz, Spatheisenstein und Brauneisenstein innig verwachsen, wird nach ENGELHARDT im kleinen Gaarherd direct auf Speise verblasen, diese geröstet und mit Kalk und Lehm in einem 4½ F. hohen Krummofen auf concentrirte Speise verschmolzen.

§. 143. Beispiele für die Concentration von bei Blei-, Kupfer- und Silberhüttenprozessen gefallenen Speisen. (Analysen Bd. 1. S. 759.)

Freiberg.

1) In Freiberg[4]) wird die bei der Bleistein- (II. 199) und Kupfersteinarbeit (II. 562), sowie bei der Bleistein- und

1) Leoben. Jahrb. 1860. IX, 277.
2) DINGL. Bd. 111. S. 272; Bd. 112. S. 75. — B. u. h. Ztg. 1849. S. 801.
3) Bgwfd. II, 369, 529.
4) B. u. h. Ztg. 1864. S. 59.

Kupfersteinconcentrationsarbeit fallende bleiische und kupferige Speise mit 0,4 - 0,5 % Ag und 2,5 % Ni und Co mit 50 % Herd, 150 % Barytschlacken vom Kupfersteinconcentriren (II. 562) und 10 % Schwerspath auf Werkblei, silberarme Speise mit 12—13 % Ni und Co und auf Kupferstein durchgesetzt. Die rohe Speise wird noch 2—3mal mit viel bleiischen Vorschlägen, Glättfrischschlacken und 10 % Schwerspath entsilbert und entkupfert, bis zuletzt eine Speise mit 15—18 % Ni und Co, 15—18 % Cu und 3 Pfdthl. Ag erfolgt. Dieselbe raffinirt man im rohen Zustande in einem Flammofen mit 50—60 % Schwerspath und 20—25 % Quarz, wobei man ausser bleiischem Kupferstein eine fast eisenfreie verkäufliche Speise mit 40—44 % Ni und 8—10 % Cu erhält. Im Jahre 1861 sind 374.30 Ctr. Nickelspeise producirt.

Unterharz. 2) Am Unterharze [1]) wird die beim Durchstechen des kupferigen Bleisteins (II. 184) fallende Speise (I. 761) mit etwa 1,6 % Co und 0,7 % Ni im Treibofen verblasen, wobei neben Schlacke und silberhaltigem Schwarzkupfer ein strengflüssiger Abzug entsteht, den man auf Kupferstein und Speise, die Schlacke auf Antimonblei und Speise verschmilzt. Diese enthält zwischen 2—3 % Co und 0,8 % Ni.

§. 144. Beispiele für die Verschmelzung arsenfreier Hüttenproducte (Leche, Schlacken) auf Nickelspeise.

Theorie. Die hierher gehörigen, hauptsächlich für kupfer- und nickelhaltige Producte angewandten Methoden, zuerst in Sachsen [2]) für nickel- und kobalthaltige Dürrerze ausgeführt, später von Vivian [3]) patentirt, beruhen auf den S. 463) angegebenen Reactionen des Arsenkieses mit oder ohne Zusatz von Schwerspath zur Erzielung möglichst eisen- und kupferfreier Speisen und eines Kupfersteins, und werden an verschiedenen Orten in nachstehender Weise

Beispiele. ausgeführt:

1) Bgwfd. IX, 326; XI, 138. Kerl, Rammelsberger Hüttenprozesse. 1861. S. 53.
2) B. u. h. Ztg. 1849. S. 182.
3) B. u. h. Ztg. 1852. Nr. 50.

Altenau Hütte.

1) Zur Altenauer Hütte[1]) auf dem Oberharze hat man neuerdings die beim Verblasen der Krätzkupfer (II. 465) erfolgende nickelhaltige Schlacke (Analysen I. 859) auf verkäufliche Nickelspeise verarbeitet. Das Schlackenhaufwerk wurde sortirt in gut- und schlechtgeflossene Stücke, das Klein verwaschen und daraus Schlieg und metallische Rückstände erhalten. Aus diesen Haufwerken formirte man gleichartige Gattirungen und zur Normirung der richtigen Zuschläge von Schwefel- und Arsenkies begann man damit, die Schlacken mit 10% Arsenkies und steigend mit 10—40% Schwefelkies zu beschicken, dann bei gleichbleibender Schwefelkiesmenge den Gehalt von Arsenkies soweit zu steigern, bis man eine Speise mit kleinmuschligem Bruche und einen sich gut davon trennenden Kupferstein erhielt. War die Speise röthlich, körnig, eisensauenähnlich, so vermehrte man den Arsenkieszuschlag noch. Das günstigste Beschickungsverhältniss, welches während der ganzen Arbeit durchschnittlich beibehalten wurde, war: 100 Ctr. Schlacken, 21,54 Ctr. Arsenkies und 32,22 Ctr. Schwefelkies, beschickt mit 51,59 Ctr. Krätzkupfersteinschlacken und 74,12 Ctr. Bleisteinschlacken, wobei etwa eine Singulosilicatschlacke erzielt wurde. Man erhielt von einer solchen im 8 Fuss 6 Zoll hohen Steinofen (II. 143) verschmolzenen Beschickung 7,61 Ctr. Werke mit 4 Qt. Ag, 24,48 Ctr. Rohspeise und 51,51 Ctr. Kupferstein mit 3,07 Mss. à 10 Cbfss. Kohlen und 155,03 Ctr. Koks.

Rohspeise und Kupferstein hatten nach STRENG nachstehende Zusammensetzung:

	Speise.	Stein.
Ni	26,77	6,1
Cu	19,85	37,24
Fe	15,82	20,84
Pb	12,14	16,10
As	12,15	Spr.
Sb	10,01	0,47
S	4,57	19,25

1) B. u. h. Ztg. 1865. S. 9.

Die hauptsächlich behuf Ausschwitzenlassens von Blei und zur Oxydation von etwas Eisen 3 mal in Haufen geröstete Rohspeise wurde mit 5 % Arsenkies, 12½ % Schwerspath, 50 % Krätzkupfersteinschlacke, 50 % Bleisteinschlacke und unreiner Schlacke der eigenen Arbeit, je nachdem sie fiel (etwa 22 %), im Schachtofen durchgeschmolzen, wobei von 100 Ctr. Schlacke 3 Ctr. Werkblei, 57 % raffinirte Speise und 40 % Kupferstein mit 1⅔ Mss. Kohlen und 38 Ctr. Koks bei einer zwischen Singulo- und Subsilicat liegenden Schlacke erfolgten. Diese Producte hatten folgende Zusammensetzung:

	Speise.	Stein.
Ni	35,13	4,37
Co	1,07	
Cu	17,18	37,45
Pb	6,59	22,81
Fe	8,41	12,68
As	18,65	Spr.
Sb	10,82	Spr.
S	2,16	24,48

Das im Ganzen verschmolzene Schlackenhaufwerk von 1221 Ctr. ergab 299 Ctr. Rohspeise und daraus 171 Ctr. raffinirte Speise.

Joachimsthal. 2) Zu Joachimsthal[1]) werden die Rückstände von der Silberextraction nach PATERA's Methode (S. 303) nebst armen Silbererzen mit 10 % Schwefelkies, 12 % gepochten Schlacken und hinreichendem Kalk auf 16 % Lech verschmolzen, dieser durch Extraction entsilbert und die dabei erfolgenden Rückstände mit Arsen- und Schwefelkies auf silberhaltigen Kupferstein und Rohspeise verschmolzen. Letztere wird in einem Gebläseflammofen unter Zuschlag eines leicht schmelzenden Flusses von Eisen fast vollständig befreit.

Norwegen. 3) SCHEERER[2]) hat schon vor längerer Zeit vorgeschlagen, norwegische Nickelerze mit 2 % Ni nach Art der Freiberger Roharbeit auf Lech zu verschmelzen und diesen mittelst Arsenkieses zu entnickeln.

1) NEUMANN, die Extraction. 1863. S. 86. -- B. u. h. Ztg. 1864. S 103.
2) B. u. h. Ztg. 1845. S. 807.

4) Zu Dillenburg wurde früher statt des jetzigen Verfahrens der nickelhaltige Kies auf Concentrationsstein verschmolzen, dieser im kleinen Gaarherd verblasen, dann in einen daneben gelegenen Herd abgestochen, in welchem sich gemahlener und mit Kohlenlösch bedeckter Fliegenstein befand. Man erhielt dabei raffinirte Speise (Analyse Bd. I. S. 759) und Kupferstein, welcher ungeröstet umgeschmolzen und nochmals mittelst Arsens entnickelt wurde, wobei 55% raffinirte Speise und 45% Kupferstein fielen.

Dillenburg.

DRITTER ABSCHNITT.

Concentrationsschmelzen auf Schwarzkupfer oder Nickelsauen.

§. 145. Allgemeines. Bei einem geringen Nickelgehalt concentrirt sich derselbe zuweilen in solchem Grade in den obersten Kupferscheiben aus dem Gaarherde, (I 705; II. 386, 387, 397, 416), dass sich deren Verarbeitung auf Nickel lohnt, zumal dasselbe das Gaaren des Kupfers erschwert und seine Qualität vermindert (Riechelsdorf, Mansfeld). Im Glimmerkupfer (I. 706, II. 387) von den Krätzkupferarbeiten findet sich das Nickel als $(\dot{C}u, \dot{N}i)^{18}\dddot{S}b$, in den obersten Gaarkupferscheiben zuweilen in kleinen schwarzen Krystallen (I. 705) als Nickeloxydul.[1])

Entstehung nickelhaltiger Kupfer.

Zuweilen werden jedoch bei Schmelzprozessen nickelhaltige Legirungen statt Speisen und Steinen absichtlich erzeugt, welche sich meist weniger leicht verarbeiten lassen, als erstere. So verschmilzt man z. B. im Mansfeld'schen (II. 397, 550) nickelhaltige Gaarkupferschlacken (Gaarkrätze) auf nickelhaltiges Kupfer, welches dann mit Schwefelsäure behandelt wird, während ähnliche Producte in Freiberg (S. 466) und zu Altenau (S. 467) mit Arsen- und Schwefelkies verschmolzen werden.

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 278; 1861. S. 60. — WAGNER's Jahresber. 1860. S. 151.

tstehung elhaltiger ensauen. In Klefva[1]) wurde früher der nickelhaltige Magnet- und Kupferkies geröstet auf Stein, dann dieser todtgeröstet auf Rohnickelsauen verschmolzen, welche man wiederholt im Gaarherd mit Quarz gaarte und die granulirte Legirung mit 70—80% Ni, 12—18% Cu und 1½—2½% Fe in den Handel brachte. Weit vollkommner geschieht die Concentration jetzt nach dem S. 462 angegebenen Verfahren.

TUNNER[2]) hält CHENOT's Verfahren der Eisenbereitung (III. 426) anwendbar für die Gewinnung des Nickels aus seinen Erzen.

II. Abtheilung.

Darstellung von metallischem Nickel oder Kupfernickellegirungen.

Theorie Nickel-stellung. §. 146. Allgemeines. Die hierher gehörigen Methoden, zum Theil geheim gehalten, beruhen auf den verschiedensten chemischen Reactionen und werden seltener auf trocknem, als auf nassem Wege oder auf beiden combinirten Wegen ausgeführt und dabei entweder metallisches Nickel oder bei kupferhaltigem Rohmaterial Legirungen von Nickel und Kupfer erzeugt, welche in der Technik (z. B. in Argentanfabriken, zu Münzen, etc.) ohne Weiteres nutzbar sein können.

Wegen mancher Aehnlichkeiten, z. B. nahe gleicher Verwandtschaft des Kupfers und Nickels zum Sauerstoff, ist deren Trennung nicht ohne Schwierigkeiten oder unmöglich, z. B. durch ein Verblasen.

nschaften. Das Nickel nähert sich in seinen Eigenschaften[3]) (I. 710), namentlich in Legirungen mit Kupfer und Zink (Argentan, Neusilber), dem Silber, ohne, wie dieses, von Schwefelwasserstoff gebräunt zu werden. Ein Arsengehalt macht Nickel und Neusilber spröde und veranlasst, dass letzteres

1) ERDM. J. f. pr. Chem. Bd. 53. S. 242. — B. u. h. Ztg. 1852. S. 76; 1858. S. 377.
2) TUNNER's Bericht über die Paris. Ind.-Ausst. 1855. S. 47.
3) B. u. h. Ztg. 1860. S. 400; 1861. S. 236, 372; 1863. S. 304, 439; 1864. S. 91.

an der Luft bald dunkel anläuft. Auch Eisen und Schwefel im Nickel machen die Legirung spröder, dagegen schadet ein Kobaltgehalt nicht, wirkt vielmehr auf Geschmeidigkeit und Farbe vortheilhaft. Blei erhöht wohl die Farbe des Neusilbers, erzeugt aber auch Sprödigkeit.

Das Nickel kommt im Handel gewöhnlich in kleinen Würfeln (Würfelnickel) vor, die auf Hüttenwerken erzeugten Legirungen desselben mit Kupfer meist in Scheiben, ähnlich wie Gaarkupfer. Die Würfel werden dadurch erhalten, dass man das auf nassem Wege erhaltene Nickeloxydulhydrat mit etwa 5% Roggenmehl, etwas Runkelrübensyrup und Wasser zu einem möglichst steifen Teig anmengt, denselben in einen Rahmen fest einstampft, daraus Würfel von 1—1½ Zoll Seite oder weniger schneidet und diese, ohne das Mehl zu verkohlen, schnell trocknet, damit sie durch Gähren desselben ihre Form nicht verlieren. Handelsnickel

Die getrockneten Würfel werden in Tiegeln oder Röhren, mit Kohlenstaub umgeben, allmälig einer starken Weissglühhitze ausgesetzt, damit sie, schon bei niedriger Temperatur reducirt, zusammenfritten. Das Nickel, etwas leichter schmelzbar als Kobalt, hat etwa den Schmelzpunct des Stabeisens (1900—2100° C.) und schmilzt in gewöhnlichen metallurgischen Feuern nicht, wohl aber in geringen Mengen im Sefströmschen Ofen. Nach AUBEL[1]) schmolz dasselbe im Focus des Rachetteschen Ofens (III. 293), desgleichen im Porzellanofen[2]) und es lässt sich in grösseren Mengen nach MONTEFIORE[3]) in den von DEVILLE und DEBRAY (S. 432) angewandten Platinschmelzapparaten schmelzen und giessen. Einige Procent Schwefel, so wie mindestens 10% Kupfer, machen das Nickel in gutem Windofenfeuer schmelzbar.

Die Reduction des Nickeloxyduls geschieht so leicht, dass schon beim starken Glühen desselben in Gefässen durch Einfluss der zutretenden reducirenden Gase Metall entsteht.

Reines Nickel kommt mit metallischem Glanz aus dem Reductionsapparat; anhaftende Glastropfen deuten auf einen Alkaligehalt; wenn sie blau sind, war Kobalt vorhanden,

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 392.
2) GURLT, pyrogenet. Mineralien. S. 13.
3) B. u. h. Ztg. 1861. S. 236.

wenn gelb, Eisen. Schwarze, beim Befeuchten Schwefelwasserstoff entwickelnde Würfel deuten auf nicht gehörige Entfernung von Schwefelalkali oder Gyps vor der Reduction. Matte Würfel können durch Rotirenlassen mit Wasser in Fässern geglättet werden. Nimmt man zu viel Mehl in die Masse, so erfolgt leichtzerdrückbares, wenig glänzendes, grau gefärbtes Metall. Genügte die Temperatur zum Fritten nicht, so erhält man eine pulverige oder graue schwammige Masse (**Nickelschwamm**).

Die Reduction und Frittung geschieht in Tiegeln oder Röhren in Oefen mit unterbrochenem oder continuirlichem Betriebe. In letzterem Falle sind die Oefen Flammöfen mit stehenden Röhren, welche nach stattgehabter Frittung die Würfel nach unten entlassen und sofort wieder besetzt werden (**Lüttich**). Zuweilen steigt die Temperatur darin so hoch, dass Nickel, namentlich bei einem Kupfergehalt, durch die Fugen am unteren Röhrenverschluss ausfliesst.

Nickelanalysen.

Ausser den Bd. I. S. 711 aufgeführten Analysen von metallischem Nickel und Nickelkupfer mögen nachstehende hier noch Platz finden [1]):

	a	b	c	d	e	f	g	h
Ni	99,57	97,59	97,35	86,90	94,60	87,98	32,27	29,83
Co		0,90	0,85	9,30	0,45	6,75		
Fe	0,20	0,33	0,35	0,21	Spr.	1,92	0,70	1,41
Cu	0,18	0,26	0,25	Spr.	Spr.	1,80	66,67	68,25
As						0,80		
Zn		Spr.	Spr.	—	—	—		
S		Spr.	Spr.	0,22	0,16	—	0,32	0,31
Si		—	—					
C	0,30							
$\bar{\text{Si}}$		0,92	1,20	1,40	2,80	—		
$\dot{\text{Ca}}$				1,95	1,82			
$\dot{\text{Mg}}$				Spr.	Spr.			
Rückst.						0,75		

a) Von FLEITMANN in **Iserlohn** nach HOFMANN. b) Von

1) B. u. h. Ztg. 1861. S. 363, 416; 1863. S. 168; 1864. S. 323. — DINGL. Bd. 170. S. 41.

Joachimsthal nach LAUL und STURM in Schwammform. c) Desgl. in Würfeln. d u. e) Aus oberungar. Erzen nach STURM. f) Aus der Gersdorff'schen Fabrik zu Schladming nach HILDEBRAND. g u. h) Aelteres Dillenburger Nickelkupfer nach HEUSLER; neueres enthält 73 % Ni.

Werth d Nickels

Fleitmann'sches Würfelnickel kostet pro Pfd. 1 Thlr. 14 Sgr.; zu Gladenbach bezahlt man Nickelerze, Speisen etc. nach dem Nickelgehalt, und zwar bei:

0—5 % 10 Sgr. pro Pfd. im Ctr.
5—10 „ 15 „ „ „
10 aufwärts 30 „ „ „

ERSTER ABSCHNITT.

Nickeldarstellung auf trocknem Wege.

Mängel di Verfahre

§. 147. Allgemeines. Die hierher gehörigen Methoden geben gewöhnliche unreinere und ungleichmässiger zusammengesetzte Producte, als der nasse Weg, insofern das Rohmaterial nicht sehr rein ist. Während ältere Methoden, z. B. die v. Gersdorff'sche [1]), nur in einem wiederholten Abrösten von Speise mit Kohle und Holzspänen und Reduction des Nickeloxydes bestand, so nähern sich neuere Methoden dem Plattner'schen Verfahren zur Nickelbestimmung auf docimastischem Wege (S. 438). Die Speise wird in einem Flammofen zur Verschlackung des Eisens einem oxydirenden Schmelzen mit solvirenden Schlackenzuschlägen ausgesetzt; dann lässt man sich nach Entfernung des Eisens ohne Schlackenzusatz durch weitere Oxydation kobaltreiche, aber auch nickelhaltige Krusten bilden, welche bis zur gehörigen Reinigung des Nickels abgezogen und auf nassem Wege verarbeitet werden, nachdem sie einige Zeit an der Luft gelegen haben. Ein Kupfergehalt lässt sich auf diese Weise nicht entfernen.

Beispiel Gersdorf Verfahre

Rose's Verfahre

Nach H. ROSE [2]) lässt sich Nickel dadurch arsenfrei darstellen, dass man Arsennickel mit Schwefel gemengt

1) Bgwfd. IV, 513. — WINTERFELD, im Berlin. Gewerbe-, Industr.- u. Handelsblatt. IV, 260.

2) B. u. h. Ztg. 1863. S. 303.

glüht, wobei unter Bildung von Schwefelnickel Schwefelarsen sich verflüchtigt. Durch Rösten des Steins und nochmaliges Erhitzen mit Schwefel lässt sich ein Rückhalt an Arsen völlig entfernen. Noch schneller gelingt die Entfernung des Arsens, wenn man das Arsennickel mit der 7 bis 8 fachen Menge doppelt schwefelsaurem Ammoniak schmilzt, wobei sich unter Arsenverflüchtigung basisches Nickelsulphat erzeugt.

[...]rsuche zu [...]llenburg.

Der verblasene Stein (S. 462) wird gepocht; bei allmälig gesteigerter Temperatur 14 Stunden lang möglichst vollständig abgeröstet und in Quantitäten von 100 Pfd. mit 45 Pfd. Soda in einem Flammofen 6—7 Stunden unter stetem Umrühren bei Rothglühhitze behandelt, um den noch vorhandenen Schwefel an Natron zu binden. Man laugt dann Schwefelnatrium und schwefelsaures Natron aus der Masse mit warmem Wasser aus, bis die Flüssigkeit nicht mehr klebrig laugenartig erscheint, dampft den Rückstand zur Trockne ein, reducirt ihn in Graphittiegeln mit Kohlenstaub während einer 6 stündigen Weissglühhitze und scheidet durch Verblasen der entstehenden Legirung das Eisen ab, um eine Legirung von Nickelkupfer zu erhalten.

Diese Methode hat in ihrer Ausführung manche Schwierigkeiten gehabt; die von Schwefel befreiten Metalloxyde schmelzen äusserst schwierig, die Entfernung des Eisens gelingt nicht vollständig und die Verblasenschlacke enthält Kupfer und Nickel.

ZWEITER ABSCHNITT.

Nickeldarstellung auf nassem Wege.

[...]Rösten.

§. 148. Allgemeines. Der Nickelausscheidung auf nassem Wege geht gewöhnlich ein Rösten der Erze, Leche und Speisen voran, um hauptsächlich Eisen in einen in Säuren schwer löslichen Zustand (Eisenoxyd) zu versetzen, dagegen aber die übrigen Bestandtheile (Kupfer, Nickel, Kobalt) entweder als schwefelsaure Salze in Wasser oder als Oxyde und basische Salze in Säuren (Salzsäure, Schwefelsäure) löslich zu machen.

Werden Leche, welche Eisen, Kupfer, Nickel und Kobalt enthalten, bei allmälig gesteigerter Temperatur mit oder ohne Zusatz von Eisenvitriol oder Schwefelsäure oxydirend geröstet[1]), so zersetzen sich die gebildeten Sulphate in nachstehender Reihenfolge in Oxyde: Eisen, Kupfer, Nickel, Kobalt, so dass sich durch Glühhitze Eisenvitriol am leichtesten, Kobaltvitriol am schwersten zerlegt (I. 25). Aus solchem Röstgut lässt sich alsdann mittelst Wassers der grösste Theil Kobalt und Nickel nebst etwas Kupfer ausziehen, während fast alles Eisen, viel Kupfer und etwas Nickel und wenig Kobalt zurückbleibt (Klefva). Behandelt man diesen Rückstand mit verdünnten Säuren (I. 54), so löst sich am leichtesten das Kupferoxyd, schwieriger Nickeloxydul und nur ganz wenig Eisenoxyd. Kobaltoxydul scheint sich beim Rösten zum grossen Theil in schwerlösliches Oxyd umzuwandeln. Aus noch vorhandenen Schwefelmetallen zieht man hierbei durch die Säuren Schwefeleisen aus, während Schwefelkupfer, Schwefelnickel und Schwefelkobalt wenig oder gar nicht angegriffen werden.

Lechröstung

Behandelt man das stark geröstete Material direct mit Salzsäure, ohne vorher mit Wasser zu extrahiren, so löst sich Eisenoxyd nur wenig und Kupferoxyd mehr als Nickeloxydul, so dass im Rückstande das meiste Eisen, wenig Kupferoxyd und viel Nickeloxydul bleibt. Man benutzt dann wohl die Lösung auf eine Legirung von Kupfer und Nickel, den mit kochenden, concentrirten Säuren zu behandelnden Rückstand aber auf metallisches Nickel (Dillenburg). Nach A. Mitscherlich[2]) löst sich geglühtes Eisenoxyd am leichtesten in einem Gemisch von 8 Theilen Schwefelsäure und 3 Thln. Wasser und zwar um so rascher, je mehr Säure vorhanden. Sehr verdünnte Säure wirkt wenig.

Werden möglichst todt geröstete, aber dann auch immer noch Arsen enthaltende Speisen mit Schwefelsäure zu einem Brei angerührt und im Röstofen bis zur Entfernung der überschüssigen Säure geglüht, so bleibt nach Liebig[3]) beim

Speiseröstung

1) ... Ztg. 1860. S. 277.

3) ... 1860. No. 18. S. 110.

Auslaugen der Masse hauptsächlich arsensaures Eisenoxyd oder basisches Eisensalz und Kupferoxyd zurück, während Kobalt- und Nickelvitriol in Lösung gehen und zwar um so weniger von letzterem, je stärker geglüht worden, während der Kobaltvitriol eine stärkere Glühhitze verträgt, ohne sich zu zersetzen (Rösten der Skutteruder Kobalterze zu Modum in Norwegen). Reichte das vorhandene Eisen zur Bindung aller Arsensäure nicht hin, so bilden sich auch unlösliche arsensaure Kupfer-, Nickel- und Kobaltsalze und es bedarf dann zur Vermeidung dieses Uebelstandes eines Zusatzes von mit $^1/_{10}$ Salpeter vermengtem calcinirten Eisenvitriol. Zweckmässiger ist es, die todtgeröstete Speise zur Entfernung des Arsens mit Salpeter und Soda zu glühen, das gebildete arsensaure Natron auszuziehen, dann den Rückstand mit Schwefelsäure zu behandeln und unter Zurücklassung von Eisenoxyd Kobalt- und Nickelvitriol zu extrahiren (Joachimsthal).

Ein ähnliches Verhalten wie beim Rösten zeigten nach JUNG[1]) nickelhaltige Kobalterze aus dem Siegen'schen, welche Arsenschwefelkobalt, Arsenschwefelnickel, Schwefelkies und Kupferkies enthalten, beim Verwitternlassen unter Zusatz von Chlorcalcium und Urin (zur Beförderung der Oxydation). Es setzen sich dabei gebildetes arsensaures Kupfer-, Nickel- und Kobaltsalz mit basischem schwefelsauren Eisenoxyd in durch Wasser auslaugbare Vitriole um, während unlösliches arsensaures Eisenoxyd zurückbleibt.

Zur Entfernung eines Arsengehaltes empfiehlt WÖHLER ein Schmelzen der Substanz mit dem gleichen Gewicht Schwefel und dem 3fachen Potasche oder 2fachen Soda und Auslaugen des gebildeten Schwefelsalzes von Schwefelalkali-Schwefelarsen. Nach PATERA ist sehr wirksam ein Calciniren bereits gerösteter Substanzen mit etwas Soda und Natronsalpeter und Ausziehen des entstandenen arsensauren Natrons (Joachimsthal).

Reagentien bei der Nickelgewinnung auf nassem Wege.

Die zur Scheidung der verschiedenen Metalle auf nassem Wege anzuwendenden Reagentien müssen möglichst billig sein, und es werden hauptsächlich benutzt:

---

1) B. u. h. Ztg. 1861. S. 394.

Kohlensaurer Kalk.

f) Kohlensaurer Kalk, möglichst eisenfrei, z. B. in Gestalt von gepulverter Kreide. Man beginnt damit gewöhnlich die Fällung, indem durch denselben aus einer Lösung von Eisenoxyd, Kupferoxyd, Nickeloxydul und Kobaltoxydul bei gewöhnlicher Temperatur nach STAPFF[1]) nebst etwas Kupferoxyd- und wenig Kobaltoxydulhydrat hauptsächlich Eisenoxydhydrat, und sind Säuren des Arsens vorhanden, auch diese vollständig mit Eisen als arsensaures und arsenigsaures Eisenoxyd gefällt werden, wenn genug Eisen vorhanden. Fehlt es an letzterem, so muss zur Entfernung der Arsensäuren ein Zusatz von Eisenchlorid (aus calcinirtem Eisenvitriol und Salzsäure dargestellt) gegeben werden. Wendet man eine Temperatur von 40° C. und darüber an, so fällt der kohlensaure Kalk nach längerem Stehen ausser allem Eisen auch alles Kupfer mit etwas Kobalt und Nickel aus, so dass dann eine fast reine, nur Kobalt und, bei schwefelsaurer Lösung, Gyps enthaltende Nickellösung erfolgt. Man kann demnach mittelst kohlensauren Kalkes durch fractionirte Fällung bei verschiedenen Temperaturen zuerst Eisen und Arsen, dann Kupfer vom Nickel trennen. Geschieht die Fällung bei Siedhitze, so bleibt etwas Eisenoxyd in Lösung, welches sich erst beim Erkalten absetzt. Enthält der Kalk Eisenoxydul, so bleibt dieses in Lösung, wenn man nicht durch Zusatz von etwas Chlorkalk zur sauren Lösung das Eisen höher oxydirt. Auch scheidet sich wohl beim Concentriren der Lösung, welches nach dem Abfiltriren des mit kohlensaurem Kalk ohne Chlorkalkzusatz erzeugten Niederschlages entsteht, das noch in Lösung befindliche Eisen durch höhere Oxydation aus.

HEUSLER[2]) hat solche durch fractionirte Fällung mit kohlensaurem Kali erzeugte Niederschläge auf Kupfer und Nickel untersucht und dabei nachstehende Resultate erhalten:

	a	b	c	d
Ni	1,42	1,54	3,67	3,86 %
Cu	12,30	12,44	13,44	13,44 „

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 399.
2) B. u. h. Ztg. 1860. S. 278.

a) bei 55° C. erhaltener Niederschlag vor vollständiger Ausfällung des Eisens bei noch saurer Lösung; b) nach vollständiger Fällung des Eisens, c) nach vollständiger Fällung des Eisens und Kupfers bei bis 70° C. erhöhter Temperatur und bei sofort zum Klären und raschem Erkalten abgelassenem Niederschlage, d) desgl., nur beim langsamen Erkalten erhaltener Niederschlag.

hlorkalk.

2) Chlorkalklösung, gewöhnlich nach der Ausfällung des Eisens durch kohlensauren Kalk aus erwärmter Lösung angewandt, oxydirt $\dot{Co}$ zu $\dddot{\bar{Co}}$ und fällt dasselbe dann aus neutraler Lösung vollständig als Oxydhydrat mit schwarzer, ins Olivengrüne ziehender Farbe aus. Wird der Niederschlag röthlich braun, so deutet dies auf eine beginnende Nickelfällung. Um reines Kobaltoxyd zu erhalten, muss man die Fällung so vorsichtig leiten, dass noch etwas Kobalt beim Nickel bleibt, da ersteres letzterem häufig nicht schadet.

Bei anwesendem, durch kohlensauren Kalk nicht gefällten Manganoxydul, $\dot{Mn}$, wird dieses durch Chlorkalk in Superoxyd ($\ddot{Mn}$) übergeführt und früher, als das Kobaltoxyd niedergeschlagen, so dass durch fractionirte Fällung zuerst manganhaltiges Kobaltoxyd, reines Kobaltoxyd und schliesslich kobalthaltiges Nickeloxyd ($\dddot{\bar{Ni}}$) ausgeschieden wird.

lorkalk mit
alkmilch.

Zuweilen wendet man von vorn herein statt kohlensauren Kalks zum Fällen des Eisens Chlorkalklösung mit Kalkmilch bei gewöhnlicher Temperatur an (LOUYET's Methode), wobei man aber Gefahr läuft, mit dem Eisen schon mehr Kobalt und Nickel zu fällen. Man muss dann nur so viel Chlorkalk anwenden, als zur Umwandlung des Eisenoxyduls in Oxyd und der arsenigen Säure in Arsensäure nöthig ist.

Kohlens.
Kalk und
Chlorgas.

Wird in eine Kobalt- und Nickellösung kohlensaurer Baryt oder kohlensaurer Kalk eingerührt und Chlorgas eingeleitet, so fällt ebenfalls Kobalt als schwarzes Oxyd aus, erst später wird auch etwas Nickel präcipitirt. Man muss dann zur Abscheidung des dem Kobaltoxyd beigemengten

kohlensauren Salzes den Niederschlag in Salzsäure lösen, den Baryt durch Schwefelsäure wegnehmen und zuletzt aus der Lösung das Kobalt durch Soda oder Aetznatron fällen.

3) Kalkwasser dient nach Abscheidung des Eisens und Arsens durch kohlensauren Kalk und des Kobalts durch Chlorkalk zum Ausfällen des Nickels oder auch gleichzeitig von Kupfer und Nickel.

Kalkwass

4) Soda. Bei Anwendung der vorbenannten kalkhaltigen Substanzen bleibt, wenn Schwefelsäure zur Lösung angewandt worden oder schwefelsaure Salze beim Rösten von Lechen sich gebildet haben, bei dem Nickelniederschlage stets Gyps, dessen Entfernung umständlich ist. Zur Vermeidung dieses Uebelstandes wendet man deshalb zuweilen die allerdings etwas theurere Soda an, mit welcher man durch fractionirte Fällung eine Trennung der Metalle herbeiführen kann. Fügt man zu einer siedenden Lösung von Eisenoxyd, Kupferoxyd und Nickeloxydul mit wenig Kobaltoxydul unter stetem Umrühren Soda in kleinen Partien, so schlägt sich, ehe noch die Lösung neutral wird, zunächst basisches Eisenoxydsalz (bei Anwesenheit von Arsensäuren auch die Verbindung derselben mit Eisenoxyd und, wenn nicht Eisenoxyd genug vorhanden, bei vollkommener Neutralisation auch arsensaures und arsenigsaures Kupfer-, Nickel- und Kobaltoxydul) nieder, dann ein Gemenge von Eisen- und Kupferoxyd, hierauf ein solches von Kupferoxyd und Nickeloxydul, zuletzt reines Nickeloxydul mit etwas Kobaltoxydul und in Lösung bleibt meist ein wenig Kobaltoxydul mit Spur Nickel. Ein Ueberschuss von Soda wirkt auflösend auf die gefällten basisch kohlensauren Oxydhydrate von Kobalt, Nickel und Kupfer.

Soda.

Es fällt mit dem Kupfer so lange kein Nickel nieder, als ersteres noch 3—4 % des aufgelösten Nickelquantums ausmacht.

5) Schwefelwasserstoffgas. Man bedient sich desselben wohl zur Ausfällung von Cu, Pb, Sb, As, Bi aus saurer Lösung; da aber die Abscheidung des As mit dem Fe durch Kalk geschehen kann und das Kupfer in Verbindung mit Nickel nutzbar ist, so wendet man Schwefelwasserstoff meist nur zur Entfernung eines Blei- und Wismuthge-

haltes an, wenn deren Abscheidung durch Soda oder kohlensauren Kalk nicht schon vollständig geschehen ist.

6) Eisen, dient zur Ausfällung von Kupfer.

7) Saures schwefelsaures Kali wird wohl zum Fällen des Nickels aus kobalthaltiger Lösung (Joachimsthal) und salpetrigsaures Natron zur Abscheidung von Kobalt aus nickelhaltiger Lösung angewandt.

Entschwefelung des Nickels.

Bei schwefelsauren Lösungen bildet sich bei Anwendung von Soda und Kalkverbindungen schwefelsaures Natron und Gyps, welche sich aus dem voluminösen Nickeloxydhydrat-Niederschlag nicht völlig auswaschen lassen und bei der demnächstigen Reduction des Nickels einen schädlichen Schwefelgehalt in dasselbe bringen. Man sucht dieses dadurch thunlichst zu vermeiden, dass man bei Anwesenheit von Glaubersalz das gefällte Nickeloxydulhydrat trocknet, glüht, pulvert und mit heissem Wasser auswäscht, wodurch sich das genannte Salz ziemlich leicht entfernen lässt. Ist Gyps zu beseitigen, so glüht man das getrocknete Präcipitat mit überschüssiger Soda, wobei sich kohlensaurer Kalk und schwefelsaures Natron bilden. Letzteres wird mit Wasser, ersterer mit verdünnter kalter Salzsäure ausgezogen, wobei nur Spuren von Nickel in Lösung gehen. Auch zieht man wohl den Gyps direct durch längeres Waschen mit salzsäurehaltigem Wasser aus.

Bassins zur Aufbewahrung stark saurer Laugen überkleidet Künzel zweckmässig mit Zeiodelit, einem Gemenge von 1 Schwefel und 2 feinem Sand.

Erdmann's Verfahren.

§. 149. Beispiele für die Nickelgewinnung aus Speisen oder arsenhaltigen Erzen.

1) Erdmann's älteres Verfahren.[1] Abrösten der Speise mit Kohle, Lösen in Salzsäure, Fällung von basischem Chlorwismuth durch Wasser, Zusatz von Eisenchloridlösung und Kochen mit allmälig zugesetzter Kalkmilch zur Fällung von arsensaurem Eisenoxyd und arsensaurer Kalkerde, bis das Filtrat nicht mehr gelbgrün, sondern blaugrün

1) Erdmann, über das Nickel und Weisskupfer. Leipzig 1827. — Erdm. J. f. pr. Chem. VII, 248.

erscheint und ein mit Kalilösung erzeugter Niederschlag mit Borax auf Kohle unschmelzbaren Nickelschwamm gibt; Niederschlagen des Nickels aus dem Filtrat durch Kalkmilch, Trocknen des Niederschlages und Glühen mit Kohle (S. 471).

Louyet' Verfahre

2) Louyet's Verfahren[1]) in Birmingham. Lösen der gerösteten Speise in Salzsäure, Oxydation und Fällung des Eisens in Verbindung mit Arsensäure bei gewöhnlicher Temperatur durch Zusatz von Kalkmilch und Chlorkalk; Fällen von Bi und Cu aus dem sauren Filtrat durch SH, Oxydation und Fällen des Kobaltes im Filtrat durch Chlorkalk in der Hitze und dann des Nickels aus dem Filtrat durch Kalkmilch. Diese Methode scheint vielen anderen zum Grunde zu liegen, z. B. hat man sie früher zu Joachimsthal[2]), im Siegen'schen[3]) etc. angewandt.

Ruolz' V fahren.

3) Rüolz' Verfahren.[4]) Schmelzen von Nickelspeise zur Verschlackung von Co mit 20 % Salpeter und 100 % Flussspath, Rösten des Rückstandes, Lösen in Schwefelsäure, Oxydation des Eisens durch eingeleitetes Chlor, Fällung desselben in der Siedhitze mit kohlensaurem Kalk, dann des Nickels mit Soda, Lösen des Nickelniederschlages in Salzsäure, Verdünnen mit Wasser, Sättigen mit Chlor, Zusatz von kohlensaurer Baryterde im Ueberschuss zur völligen Abscheidung des Eisens, Abkühlen und Fällen des Nickels aus dieser Lösung als Oxyd in gewöhnlicher Weise oder als Metall durch den galvanischen Strom.

Thompso Method

4) Thompson[5]) hat eine Trennungsmethode für Nickel und Kobalt darauf basirt, dass Kobaltoxyd bei Gegenwart von Kalk durch kohlensaures Ammoniak mechanisch mit niedergerissen wird, Nickel aber in Lösung bleibt.

5) Auch eignet sich als Trennungsmittel für beide Metalle im Grossen salpetrigsaures Kali[6]), wodurch die Un-

1) B. u. h. Ztg. 1849. S. 800. — Erdm. J. f. pr. Ch. Bd. 46. S. 244.
2) B. u. h. Ztg. 1856. S. 122.
3) B. u. h. Ztg. 1861. S. 394.
4) B. u. h. Ztg. 1862. S. 311. Polyt. Centr. 1855. S. 282.
5) Polyt. Centr. 1863. S. 1222. — B. u. h. Z. 1863. S. 439.
6) Pogg. A[illegible] Bd. 95. S. 496. Erdm. J. f. pr. Ch. Bd. 58. S. 185. A[illegible] u. Pharm. Bd. 96. S. 218.

annehmlichkeiten beseitigt werden, welche die Anwendung des Kalkes bei der nassen Scheidung herbeiführt. Man fügt zu einer neutralen und concentrirten salpetersauren oder schwefelsauren Lösung beider Metalle eine concentrirte Lösung von salpetrigsaurem Kali, dann Essigsäure oder Salpetersäure bis zur schwach sauren Reaction, so scheidet sich allmälig, aber fast vollständig ein gelbes Pulver von salpetrigsaurem Kobaltoxydkali aus, welches geglüht und das dabei gebildete salpetersaure Kali ausgelaugt wird. Aus der Nickellösung lässt sich etwas kobalthaltiges Nickel durch kohlensaures Natron oder Aetznatron fällen.

Cloëz' Methode.

6) Cloëz' Methode.[1]) Auflösen der gerösteten Speise in concentrirter Salzsäure, Zusatz von zweifach-schwefligsaurem Natron zur Umwandlung der arsenigen Säure in Arsensäure, Fällung von As, Sb, Cu, Pb, Bi durch Schwefelwasserstoff, Oxydation des Eisens und Kobalts in der Lösung durch Chlor, Fällung derselben durch kohlensauren Kalk oder kohlensauren Baryt, Entfernung des Ueberschusses von Kalk oder Baryt durch etwas Schwefelsäure und Fällen des Nickels durch kohlensaure Alkalien.

Joachimsthal.

7) Neueres Verfahren zu Joachimsthal. Geröstete Speise (S. 468) wird in einem Flammofen mit Soda und Natronsalpeter geglüht, das gebildete arsensaure Natron ausgezogen, die zurückbleibenden Oxyde von Eisen, Kupfer, Nickel und Kobalt mit Schwefelsäure angefeuchtet, einige Zeit liegen gelassen, dann im Flammofen geglüht und die Masse ausgelaugt, wobei Eisenoxyd zurückbleibt, während Kobalt, Kupfer und Nickel in Lösung gehen. Da beim Eisen noch Nickel und Kobalt zurückbleiben, so wiederholt man das Anfeuchten und Glühen mit Schwefelsäure so lange, bis sich das Eisenoxyd frei von Kobalt zeigt, was sich leicht mittelst des Löthrohrs erkennen lässt. Aus den mit Schwefelsäure angesäuerten Lösungen scheidet man das Kupfer mittelst Schwefelwasserstoffs aus und fällt aus dem Filtrat durch saures schwefelsaures Kali sehr schwerlösliches schwefelsaures Nickeloxydul-Kali, mit welchem sich nur ganz wenig Kobalt

1) Dingl. Bd. 148. S. 206.

abscheidet. Das in Lösung bleibende Kobalt ist ganz frei von Nickel und kann durch kohlensaures, phosphorsaures oder arsensaures Natron gefällt werden. Durch gelindes Glühen des kohlensauren Salzes entsteht schwarzes Kobaltoxydul. Das Nickelsalz soll angeblich, mit Reductionsmitteln behandelt, gleich Würfelnickel geben.

Modum.

8) Zugutemachung von Kobalterzen von Modum.[1]) Zu Modum in Norwegen werden die Kobalterze von Skutterud (Glanz- und Speiskobalt sammt Tesseralkies) auf Kobaltoxyd und Safflor oder Zaffer verarbeitet.

Das (nur seltener vorkommende) Reich- oder Stufferz wird trocken gepocht und mit den reichsten der bei der nassen Aufbereitung von ärmeren Pocherzen erhaltenen Schliege zusammen geröstet, die gepulverte Masse mit Schwefelsäure behandelt, zur Trockne eingedampft und in einem Röstofen von überschüssiger Säure befreit. Das Röstgut wird in hölzernen Gefässen mit Wasser angerührt und mittelst Dampfes in die Siedhitze versetzt; es setzt sich ausser erdigen Bestandtheilen das beim Rösten gebildete basisch schwefelsaure Eisenoxyd zu Boden. Die Lauge wird sodann in auf einer zweiten Terrasse stehende Gefässe abgelassen, wiederum erhitzt und eben mit so viel kohlensaurem Natron versetzt, dass sich Eisen, Kupfer und zur vollständigen Entfernung dieser Metalle auch eine kleine Quantität Kobalt niederschlägt. In der von dem Niederschlag abfiltrirten, zum dritten Male erhitzten Lösung wird endlich durch Soda alles Kobalt als kohlensaures Kobaltoxydul ausgefällt. Dieses wird auf Filtern ausgewaschen, gepresst, im Thontiegel stark geglüht und das Kobaltoxydoxydul zuletzt fein gepulvert. Es werden pro 1 Pfund des Oxydes etwa 6 Pfd. Schwefelsäure, $3^1/_2$ Pfd. Soda und 16 Cubikfuss Holz verbraucht.

Aus den geringen Schliegen und dem kobalthaltigen Niederschlage von der ersten Fällung stellt man Safflor oder Zaffer dar, indem man sie zuerst auf eine ungefähr 30 % Kobaltmetall haltende Speise verschmilzt und diese weiter verarbeitet.

1) Handschriftliche Mittheilung des Bergingenieurs STAHLSBERG in Kongsberg.

§. 150. Beispiele für die Nickelgewinnung aus Lechen.

Klefva. 1) STAPFF's Methode zu Klefva.[1]) Der Nickelstein wird für sich oder mit Schwefelsäure geröstet, mit Wasser extrahirt und der Rückstand mit warmer verdünnter Schwefelsäure behandelt, wobei die S. 475. angegebenen Reactionen stattfinden. Mit den Lösungen nimmt man dann nachstehende Zersetzungen vor, welche der Hauptsache nach aus fractionirten Fällungen mit Soda (S. 479) bestehen:

I. Rösten des Steins für sich, dann mit Eisenvitriol und Schwefelsäure.

II. Auslaugen des gerösteten Steins
 1. Mit Wasser. Erfolg:
  A. Rückstand. (2)
  B. Lösung. Zusatz von Soda:
   a. Kupferiger Niederschlag mit allem Eisen (2. B).
   b. Nickellösung. Zusatz von Soda:
    α. Niederschlag von basisch kohlensaurem Nickeloxydhydrat, verunreinigt mit Glaubersalz; Trocknen, Pulvern, Glühen, Auskochen, wobei man erhält:
     a. Reines Nickeloxyd, mit Mehl zu Würfelnickel reducirt.
     b. Glaubersalzlösung zu β.
    β. Glaubersalzlösung, auf Glaubersalz eingedampft.
 2) Mit verdünnter Schwefelsäure. Erfolg:
  A. Rückstand, als Gold- oder Kobalterz oder Rothfarbe weiter nutzbar.
  B. Saure Lösung. Wird zugleich mit verdünnter Säure zur Lösung von 1 B. a benutzt, das Ganze mit Eisen gekocht, wobei erfolgen:
   a. Cementkupfer, wird getrocknet und gegaart.
   b. Lösung von Nickel- und Eisenvitriol; wird auf Vitriol eingedampft, dieser entwässert und I. zugesetzt.

Dillenburg. 2) Verfahren zu Dillenburg.[2]) Todtrösten des Concentrationssteines (S. 461) in Posten von 300 Pfd. während 9 Stunden, Absieben der Röstknoten, Eintragen von je

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 377; 1859. S. 297 (mit Zeichnungen).
2) B. u. h. Ztg. 1860. S. 277; 1864. S. 58. — WAGNER's Jahresber. 1858. S. 139.

100 Pfd. unter stetem Umrühren in bis 60° C. erwärmtes, mit gleicher Menge Salzsäure von 22—23° B. versetztes Wasser, wobei nach 3maliger Extraction der Rückstände 60—63 % Stein gelöst werden. Eisenoxyd löst sich nur wenig, Kupfer und Nickel in dem Verhältniss von etwa 7:3, in den Rückständen bleibt das meiste Eisen, wenig Kupferoxyd und viel Nickeloxydul.

a) Darstellung von Nickelkupfer aus der Lösung. Nickeloxydul- und Kupferoxydhydrat nebst etwas Eisenoxydhydrat werden durch Kalkmilch gefällt, in Leinwandsäcken zusammengepresst, getrocknet, die trockne Masse gemahlen, gesiebt, der darin enthaltene Gyps (an 8 %) durch Decantiren mit salzsäurehaltigem Wasser hinreichend ausgewaschen, und zwar wäscht man eine Bütte mit 140 Pfd. gemahlenem Oxyd täglich 4mal und jedesmal mit 4 Pfd. Salzsäure aus. Nach 4tägigem Auswaschen mit 60—70 Pfd. Säure bleiben etwa nur noch 0,3 % Schwefel zurück. Die eine kleine Menge Oxyd aufgelöst enthaltenden Waschwasser werden mit Kalkmilch versetzt und der Niederschlag zum Neutralisiren der sauren Laugen verwandt. Das gypsfreie Kupfernickeloxyd wird nach dem Auswaschen durch Eindampfen consistent gemacht und in einem eigens construirten Herde mit 2 Formen zu Metall geschmolzen, wobei sich Kalk und fast sämmtliches Eisen mit der Kieselsäure des Herdes verschlacken. Das von Schlacken gereinigte Metall geht mit 73 % Ni und nur 0,16 % Eisen in den Handel.

b) Darstellung von metallischem Nickel aus dem Rückstande. Der nickelreiche und kupferarme, mit Wasser zu einem Brei angerührte Rückstand wird mit Schwefelsäure von 66° B. versetzt, wobei sich die Masse stark erhitzt, dann mit heissem Wasser extrahirt, der Rückstand nochmals geröstet und mit Schwefelsäure behandelt. Die mit dem oben bezeichneten Kupfer- und Nickelniederschlag neutralisirte, bis 55° C. erhitzte schwefelsaure Lösung, welche neben Nickel auch Kupfer und etwas Eisen enthält, versetzt man so lange löffelweise unter stetem Umrühren mit feingepochtem kohlensauren Kalk, bis sich durch eine Probe mit Blutlaugensalz die vollständige Abscheidung des Eisens zu erkennen gibt, mit welchem aber auch ein grosser

Theil Kupfer und etwas Nickel niedergeschlagen wird. Zur vollständigen Fällung des Kupfers erhitzt man die Lösung ohne Kalkzusatz bis auf 70° C. und rührt um, bis Blutlaugensalz keine Reaction auf Kupfer mehr gibt. Wie Analysen ergeben haben, wird das meiste Nickel (3—4%) im letzten Stadium des Prozesses beim vollständigen Ausfällen des Kupfers niedergeschlagen und zwar um so mehr, je mehr Kupfer vorhanden, weshalb es sich empfiehlt, bei der ersten Behandlung des Steins möglichst viel Kupfer durch Salzsäure auszuziehen. Der mehrmals ausgewaschene und mit Wasser zu einem dünnen Brei angerührte Niederschlag (S. 477) wird mit etwas Salzsäure übergossen, — wobei sich Kupfer und Nickel, aber wenig Eisen löst, weil letzteres durch das überschüssige Kupferoxydhydrat ausgefällt wird, — aus der salzsauren Lösung durch Kalkmilch Kupfer und Nickel ausgefällt und das Präcipitat zur Darstellung von Nickelkupfer (S. 485) verwandt.

Aus der schwefelsauren Hauptnickellösung wird durch Kalkwasser Nickeloxydulhydrat ausgeschieden, dieses filtrirt, gepresst, getrocknet, mehrere Stunden geglüht, um das entstehende graue Nickeloxydul in Säure nahezu unlöslich zu machen, gemahlen und die darin enthaltenen 15% Gyps während 4 Tagen mit salzsäurehaltigem Wasser ausgezogen. Das zu Würfeln geformte gypsfreie Oxydul wird mit Kohlenpulver bei 3stündiger Weissglühhitze reducirt, wobei Metall von der Bd. I. S. 711. angegebenen Zusammensetzung erfolgt.

Die endlichen Rückstände von der Säureextraction verschmilzt man auf Schwarzkupfer und Kupferstein, dann letzteren mit 40% Cu nach vorheriger Röstung ebenfalls auf Schwarzkupfer, welches beim Gaarmachen zur Entfernung des darin enthaltenen Nickels (an 5%) eines Zusatzes von Blei (II. 390) bedarf.

§. 151. Beispiele für die Nickelgewinnung aus Gaarkupfer oder unreinem Nickel.

Gottesbelohnungshütte.

1) Zur Gottesbelohnungshütte[1]) im Mansfeld-

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 371; 1860. S. 501; 1861. S 67; 1862. S. 160. 1864. S. 59.

schen wird aus Gaarkrätze erhaltenes nickelhaltiges granulirtes Krätzkupfer (II. 550) mit 63% Cu, 26% Ni und 10% Pb bei Luftzutritt mit verdünnter Schwefelsäure behandelt, wobei Kupfer- und Nickelvitriol entstehen, die man durch Krystallisation möglichst trennt und aus dem angereicherten Nickelkupfervitriol eine Legirung von Kupfer und Nickel darstellt. 2mal 7 terrassenförmig unter einander aufgestellte bleierne Pfannen von 3 F. Länge, 2 F. Breite und 3 Z. Tiefe werden jede zur Hälfte mit Granalien (9 Ctr.) gefüllt, zunächst auf die oberste Pfanne heisse Kammerschwefelsäure gegossen, diese nach 2 Stunden auf die folgende Pfanne abgezapft u. s. f. Dabei oxydiren sich Kupfer und Nickel bei zutretender Luft und sättigen allmälig die Säure. Die auf dem Boden der Pfannen sich ansammelnden, hauptsächlich aus schwefelsaurem Bleioxyd bestehenden Schlämme werden zur Trennung von den ungelösten Granalien von Zeit zu Zeit durch ein Sieb geschlagen.

Die Lauge gelangt aus der untersten Pfanne in einen Klärkasten, wird dann in eine Siedepfanne von 70 Cbfss. Inhalt gepumpt, hier auf 40—42° B. eingedampft und zur Krystallisation gebracht, wobei von 100 Cbfss. Lösung etwa 10 Ctr. Kupfervitriol auskrystallisiren und 65% Mutterlauge erfolgen. Diese wird wiederholt um 7—8° B. weiter eingedampft und zur Krystallisation auf Nickelkupfervitriol gebracht. 1 Ctr. Granalien gibt 18,7 Cbfss. Rohlauge mit 1,81 Ctr. Kupfer- und 0,87 Ctr. Nickelvitriol.

Der Kupfernickelvitriol wird in einem kleinen Röstofen mit 2 über einander liegenden Herden calcinirt, in der Masse noch vorhandene schwefelsaure Salze ausgezogen und der Rückstand (hauptsächlich Nickel- und Kupferoxyd) in einem Sefström'schen Ofen mit Kohle reducirt. Die erfolgende Legirung verbläst man in einem 2förmigen, mit Graphitsohle versehenen kleinen Gaarherd mit Koks auf eine 50% Ni und 40% Cu enthaltende Legirung, welche aber nur durch wiederholtes Aufrösten mit Soda und dann nur schwierig ganz schwefelfrei erhalten werden kann. Diese Methode hat dem Oker'schen Verfahren der Schwarzkupferentsilberung (S. 315) zum Anhalten gedient, ist aber bereits wieder aufgegeben.

Ruolz' Methode.

2) **Reinigungsmethode für Handelsnickel.** Nach Ruolz[1]) wird dasselbe in Königswasser oder in einem Platinkessel in verdünnter Schwefelsäure gelöst, Chlor in die Lösung geleitet, Eisen in der Siedhitze durch kohlensauren Kalk, dann der Nickel durch Soda gefällt. Da letzteres noch etwas Eisen enthält, so löst man den Niederschlag abermals in Salzsäure, verdünnt mit Wasser, oxydirt das Eisen durch eingeleitetes Chlorgas, scheidet dasselbe durch kohlensauren Baryt ab und fällt das Nickel aus der gereinigten Lösung durch Soda oder Kalkwasser. Auch ist empfohlen worden, das Nickel durch einen galvanischen Strom[2]) auszuscheiden.

Deville's Methode.

Deville[3]) löst käufliches Nickelmetall in Salzsäure, verdampft zur Trockne, löst, wobei Eisenoxyd zurückbleibt, in Wasser, fällt aus der verdünnten Lösung mit Schwefelwasserstoff Kupfer, Arsen etc. und schlägt aus der concentrirten Lösung durch Oxalsäure oxalsaures Nickeloxydul nieder, welches bei Luftabschluss geglüht oder in einem Kalktiegel zu einem Regulus geschmolzen wird. Solches Nickel enthält 99.6 Ni, 0.3 Si und 0.1 Cu.

Ein noch complicirtes Verfahren ist von Wackenroder[4]) angegeben.

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 311.
2) B. u. h. Ztg. 1862. S. 440.
3) Polyt. Centr. 1858. S. 1302.
4) Arch. d. Pharm. XVI, 128.

V. Antimon.

§. 152. Antimonerze. Zur Antimongewinnung dienen uptsächlich:

Antimonerze.

1) Erze[1]), und zwar:

Erze.

a) Grauspiessglanzerz (Antimonglanz), Sb mit ,4% Sb, welches hauptsächlich im krystallinischen Schieferge- rge und in älteren Gebirgsarten vorkommt (Erzgebirge, ichtelgebirge, Wolfsberg am Harz, Arnsberg in 'estphalen, Magurka in Ungarn, Böhmen — Mileschau nd Schönberg —, Frankreich, Spanien, Toskana, ord- und Südamerika etc.) Zuweilen goldhaltig.

b) Berthierit, Fe Sb mit 56,67 Sb, zuweilen mit An- monglanz in grösseren Mengen sich findend.

c) Antimonblüthe (Weissspiessglanzerz), Sb mit ,37% Sb, kommt aus der Provinz Constantine in grös- rer Menge nach französischen Hüttenwerken.

d) Rothspiessglanzerz (Antimonblende), Sb, b² mit 75,05% Sb, findet sich in grösserer Menge in Tos- ana und wird gemeinschaftlich mit Antimonglanz auf Hütten i Marseille verarbeitet.

2) Manche Hüttenproducte, z. B. antimonreiche üttenspeisen, beim Verblasen verflüchtigtes Antimon- :yd gebend, welches reducirt wird (Schmöllnitz[2]), II. 558);

Hüttenproducte.

---

[1]) v. Cotta's Erzlagerst. I, 22, 61. II, 570. v. Dechen, Statist. d. zollver. Deutschl. I, 776.

[2]) B. u. h. Ztg. 1859. Nr. 37.

im Hartblei (I. 720; II. 266) wird ein Antimongehalt der Bleierze nutzbar gemacht.

Zweck.

§. 153. Probiren der Antimonerze. Diese Proben erstrecken sich auf die Bestimmung des Gehaltes an Schwefelantimon (Antimonium crudum) oder metallischem Antimon (Regulus antimonii) im Grauspiessglanzerz, in oxydirten Erzen aber allein auf den Gehalt an letzterem.

Saigerprobe.

A. Probe auf Antimonium crudum.

1) Um das schon bei mässiger Rothgluth schmelzende Schwefelantimon von der beigemengten strengflüssigeren Bergart durch Saigern zu trennen, thut man dasselbe in Mengen bis zu 100 Loth Civilgewicht in hasel- bis wallnussgrossen Stücken in einen Thontiegel, der am Boden mit einem Loche versehen, in einen Tiegel eingesetzt und damit gut lutirt ist. Umgibt man dann in einem Feuerraum den untern Tiegel zur Kühlhaltung mit Asche oder Sand und erhitzt den obern bedeckten Tiegel mit allmälig in Gluth kommenden Holzkohlen, so schmilzt das Schwefelantimon aus und fliesst in den untern Tiegel. Bei zu hoher Temperatur und nicht gehöriger Abkühlung des Untersatzes verflüchtigt sich Schwefelantimon.

Indirectes Verfahren.

2) Bei Gangarten, welche durch Säuren nicht angegriffen werden, kann man aus einer gewogenen Menge Erz das Schwefelantimon durch Salzsäure weglösen, den Rückstand wägen und durch die Differenz den Gehalt an Schwefelantimon finden.

Theorie.

B. Proben auf metallisches Antimon. Dieselben beruhen darauf, oxydirte Erze zu reduciren, aus geschwefelten aber, ähnlich wie bei der Bleiprobe, den Schwefel durch Alkalien, Eisen etc. abzuscheiden. Die Zersetzung durch kohlensaure Alkalien und Cyankalium gelingt wegen Bildung von Schwefelsalzen nur unvollständig, besser (mit 66—68% Ausbringen) bei gleichzeitiger Anwendung von Eisen, wo dann aber stets ein Antimoneisen haltiger König erfolgt. Am wirksamsten hat sich nach LEVOL Blutlaugensalz im Gemenge mit Cyankalium gezeigt, [illegible]
gestattet. Wegen der Flüch

barkeit des Antimons sind die Antimonproben im Allgemeinen unsicher.

Probe mit schwarzem Fluss und Eisen.

1) Probe mit schwarzem Fluss und Eisen. 1 Probircentner (3,75—5 Gramm) wird mit der 2fachen Menge schwarzem Fluss (I. 139) oder einem Gemenge von Potasche und Mehl (I. 139), mit bis 42 Pfd. Eisen und je nach der Strengflüssigkeit der beigemengten Erden mit bis 25 Pfd. Borax gemengt, in einer Bleitute mit Kochsalz bedeckt, etwa $^3/_4$ Stunden im Muffel- oder Windofen bei allmälig gesteigerter Temperatur geschmolzen und der spröde König nach dem Erkalten vorsichtig entschlackt. Man bringt aus reinem Schwefelantimon, wenn nicht zu viel Eisen zugeschlagen, an 68% Antimon aus.

Probe mit Blutlaugensalz und Cyankalium.

2) Probe mit Blutlaugensalz und Cyankalium.[1]) 1 Probircentner Erz wird mit 2 Ctr. entwässertem Blutlaugensalz gemengt, mit $^1/_2$ Ctr. Cyankalium bedeckt und in einem Thontiegel einer niedrigen Temperatur (Kirschrothgluth) etwa $^1/_4$ Stunde ausgesetzt. Wegen dieser niedrigen Temperatur und der grössern Wirkung des feinvertheilten Eisens steigt das Ausbringen auf 72%.

Reductionsprobe.

3) Reductionsprobe. Oxydirte Erze werden mit dem 2fachen schwarzen Fluss (oder Potasche und Mehl), Borax und einer Kochsalzdecke in einer Bleitute etwa $^3/_4$ Stunden geschmolzen. Auch kann man geschwefelte Erze, nachdem sie sehr vorsichtig geröstet, auf diese Weise behandeln, bringt dann aber nur 64—65% Fe aus.

Darstell. von Ant. crud. oder met. Ant.

§. 154. Antimongewinnungsmethoden. Auf Hüttenwerken wird entweder nur Schwefelantimon (Antimonium crudum) aus Grauspiessglanzerz durch Aussaigern gewonnen und unterscheiden sich die dazu angewandten Methoden nur durch die Form der Saigerapparate (Flammöfen oder Gefässöfen mit unterbrochenem oder continuirlichem Betriebe), oder man stellt auch metallisches Antimon (Regulus antimonii) aus dem Antimonium crudum oder direct aus oxydirten und geschwefelten Erzen nach denselben Grund- [illegible] beim Probiren der Erze angegeben, dar.

Es lassen sich danach die Antimongewinnungsmethoden in nachstehende Abtheilungen bringen.

ERSTER ABSCHNITT.

Darstellung von Antimonium crudum.

Theorie.

§. 155. Allgemeines. Schon bei einer mässigen Rothglühhitze saigert Schwefelantimon aus der strengflüssigen Gangart aus, verflüchtigt sich aber in höhern Temperaturen bedeutend. Bei Schliegform oder zu kleinen Stücken (unter Hasel- bis Wallnussgrösse) wird die Saigerung behindert und die Gangarten backen zusammen. Die Rückstände enthalten immer noch 10—12% Antimon in Gestalt von Schwefelmetall, Oxyd und Oxysulphuret; LAMPADIUS empfiehlt, dieselben in einem Schachtofen mit Glaubersalz durchzuschmelzen. In Oberungarn[1]) werden die Saigerschlacken bei hohen Antimonpreisen auf Stossherden aufbereitet, todtgeröstet, mit 10% Kohlenklein, 6—10% Glaubersalz und 10% reinem Antim. crud. eingeschmolzen, der erhaltene König mit 20% Antim. crud., 1% Eisenkies und 3% Potasche umgeschmolzen und nach Entfernung der Schlacke Sternschlacke hinzugefügt. Das ausgesaigerte Schwefelantimon muss langsam erkalten, damit es das im Handel verlangte strahlig-krystallinische Gefüge erhält und nicht bei zu plötzlicher Abkühlung unansehnlich wird. Von den Verunreinigungen desselben war bereits Bd. I. S. 727. die Rede.

Beschaffenheit des Ant. crud.

Nach REICHARDT[2]) ist das Schleizer Schwefelantimon frei von Blei, enthält nur wenig Eisen und weniger Arsen, als fast alle anderen Sorten, nämlich strahliges 0,152 und körniges 0,040% As S^3; es enthielten z. B. Schwefelantimon aus Spanien 0,063, von Rosenau 0,150, von Wolfsberg 0,235, aus Ostindien 0,490 und von Brandholz im Fich-

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 408.
2) DINGL. Bd. 169. S. 281.

telgebirge 0,185 % As S^3. Das Arnsberger Product von Casparizeche ist arsenfrei. Die Zusammensetzung einiger Sorten ungarischen Antimonium crudum[1]) ist folgende:

	a.	b.	c.		d.	e.
FeS	1,102	4,093	3,235	Cu	0,50	0,10
PbS	—	—		Pb	3,75	5,53
AsS^3	0,568	3,403	0,247	As	—	0,79
SbS^3	98,330	92,504	96,518	Fe	2,85	0,35

a) Von Rosenau nach Löwe, b) Von Liptau nach Dems., c) Von Neusohl nach Dems., d) von Magurka; e) von Arany-Idka.

Darstellungsmethoden

Das Aussaigern des Schwefelantimons geschieht seltener direct auf dem Herde eines Flammofens, als in Töpfen oder Röhren, die entweder von freiem Feuer umgeben sind oder in einem Flammofen erhitzt werden, wobei sich der Recipient bald ausserhalb, bald innerhalb des Ofens befindet. Der Betrieb desselben ist entweder unterbrochen oder continuirlich.

Die Auswahl der einen oder andern Methode hängt hauptsächlich von der Reichhaltigkeit des Erzes, dem Preise des Brennmaterials und des Antimonium crudum ab. Der des letzteren hat abgenommen, seitdem man auf Hüttenwerken Hartblei (I. 720; II. 266) als Nebenproduct darstellt.

Erstes Kapitel.

Saigern des Schwefelantimons in Flammöfen.

Anwendbarkeit dieses Verfahrens

§. 156. Allgemeines. Dieses Verfahren empfiehlt sich egen geringen Brennmaterialaufwandes, es findet dabei ber die grösste Verflüchtigung von Schwefelantimon statt. Ian hat dasselbe in Fällen angewandt, wo die Gewinnungskosten der Erze gering waren und es weniger darauf ankam, viel Antimonium crudum zu erhalten, als Zeit und Brennmaterial zu sparen.

1) B. u. h. Ztg. 1864. S. 321.

Beispiele. Ramée.

Zu Ramée[1]) in der Vendée setzt man auf den Herd *a* (Taf. IV. Fig. 100) Chargen von 8—10 Ctr. mittelreicher Antimonerze, wovon bei einem Aufwand von 20 Cbfss. Holz 400—500 Pfd. Ant. crud. erfolgen. Dasselbe fliesst durch den Canal *c* in den Recipienten *d*. Man führt auch wohl die Feuergase zur Erhitzung des Erzes durch einen Zug um dasselbe herum. Gegen Ende der Operation schliesst man den Stich und feuert stärker; die Schlacke wird durch die Arbeitsthür ausgezogen.

Linz.

Zu Linz[2]) fand ein ähnliches Verfahren statt.

Zweites Kapitel.

Saigern des Schwefelantimons in Gefässöfen.

Vortheile dieses Verf.

§. 157. Allgemeines. Die hierher gehörigen Methoden gestatten ein besseres Ausbringen, als die vorigen, aber bei erhöhtem Brennstoffaufwand, welcher letzterer aber auch wieder danach variirt, ob die Gefässe mit freiem Feuer umgeben sind oder nicht, ob die Oefen continuirlich betrieben werden oder mit Unterbrechung.

Anwendbarkeit.

§. 158. Saigern in Töpfen bei freiem Feuer. Dieses Verfahren, das kostspieligste hinsichtlich der Brennstoffnutzung, empfiehlt sich da, wo bei reicheren, eine nicht hohe Temperatur erforderlichen Erzen das Holz billig ist Man hat dann die Vortheile, dass man in kurzer Zeit in grössern Gefässen grosse Mengen Product ohne Nachtheil für die Gesundheit der Arbeiter, was in geschlossenen Oefen nicht der Fall ist, gewinnen kann. Da sich die Saigerung unmittelbar neben der Grube vornehmen lässt, so spart man an Transportkosten, wodurch der höhere Brennstoffaufwand wieder aufgewogen werden kann.

Beispiele.

Man hat dieses Verfahren z. B. an folgenden Orten angewandt:

Wolfsberg.

1) Zu Wolfsberg am Harze wird das durch Handscheidung und Ausklauben gereinigte Grauspiessglanzerz in Thontöpfen mit Oeffnungen im Boden (Bd. I. Taf. XII. Fig.

1) Karst. Arch. 1 R. XVIII, 178.
2) Karst. Arch. 1 R. XII, 380.

314) gethan, deren mehrere in einer Reihe stehen. Der Untersatz ist mit Asche, Sand oder Dammerde umgeben. Zu beiden Seiten der Tiegel sind aus lose zusammengestellten Steinen Mauern mit Zuglöchern aufgeführt und zwischen diesen wird Brennmaterial angezündet.

Die zurückbleibenden Gangarten halten immer etwas Schwefelantimon mechanisch zurück, namentlich wenn das Erz in Folge zu schneller Erhitzung zerbröckelt. Die Rückstände enthalten selten unter $^1/_{10}$, zuweilen $^1/_4$ ihres Gewichtes Schwefelantimon.

Für ärmere Erze hat man einen Gefässflammofen.

Malbosc.

2) Zu Malbosc[1]) im Ardèche-Depart. stehen 25—30 konische, im Boden durchlöcherte Töpfe von 0,33 Met. Höhe und 0,22 Met. oberer Weite zwischen zwei 0,25 Met. hohen Seitenmauern, die 0,40 Met. von einander abstehen, in einer Reihe. Jeder Topf fasst 15 Kilogr. rohes Erz. Der Raum um die Tiegel herum wird mit Steinkohlen gefüllt und diese durch Reisig angezündet. Man macht gewöhnlich 4 Schmelzungen in 40 Stunden, bis der in die Erde eingegrabene Untersatz voll ist und die Arbeit unterbrochen wird. Nach dem Erkalten werden die Recipienten systematisch entzwei geschlagen, so dass sie sich wieder lutiren und gebrauchen lassen, jedoch geht bei jeder Operation wenigstens die Hälfte der Ober- und Untersätze verloren.

20 Töpfe fassen bei 4maliger Füllung 1200 Kil. Erz und liefern nach 40 Stunden bei einem Verbrauche von 1487 Kil. Steinkohlen und 200 Kil. Reisig 469 Kil. Antimonium crudum. Zum Ausbringen von 100 Kil. des letzteren sind demnach 300 Kil. Steinkohlen und 40 Kil. Holz erforderlich.

Magurka.

3) Zu Magurka[2]) in Niederungarn setzt man zwei 11″ hohe, 8—9 Pfd. Antimon fassende Töpfe in einander in einen dritten, welcher bis zur halben Höhe in Herdgestübbe (Asche und Kohlengestübbe) eingegraben ist. Der mittlere Tiegel enthält im Boden 3 runde Löcher von $^3/_4$″ Dchm., aus dem dritten ist der Boden ausgeschlagen. Bei

1) Dumas, angew. Chem. IV, 146.

2) Oest. Ztschr. 1856. S. 59. — Bgwfd. XIX, 190. — B. u. h. Ztg. 1861. S. 123.

einer Breite von 10′ des $^1/_2$′ hoch mit Asche und Kohlengestübbe bedeckten Herdes werden 29—30 Topfgestelle in einer Linie dicht neben einander gestellt, so dass eine Reihe 87—90 Töpfe und der vollkommen aufgerichtete Herd 33 bis 34 solcher Reihen mit 1′ Zwischenraum zählt. In die Zwischenräume legt man dünngespaltenes, gut getrocknetes Tannen- oder Fichtenholz in 2′ langen Scheiten behutsam ein, überdeckt das Ganze mit einer dünnen auf den zwischen den Reihen eingelegten Stangen ruhende Querlage von Scheiten derselben Länge und setzt dann die ganze Holzmasse mit einem Male von allen Seiten mittelst Holzfackeln in Brand. Man verbraucht bei günstiger Witterung 11 bis 12 Wien. Klftr. 2schuhiges Holz und erhält in $1^1/_2$ Stunden 80—85 Ctr. Schwefelantimon.

§. 159. **Saigern in Gefässflammöfen.** Es kommen namentlich für ärmere, einer höhern Saigertemperatur bedürftige Erze zur Anwendung:

Oefen mit nicht contin. Betrieb.

a) Oefen mit unterbrochenem Betriebe, wobei die Recipienten entweder unter den Saigergefässen im Ofen stehen (La Lincouln in Frankreich, Taf. IV. Fig. 101, 102) oder sich ausserhalb des Ofens befinden (Schmöllnitz, Bd. I. Taf. 12. Fig. 316), in beiden Fällen aber die Saigergefässe nach jeder Charge erkalten müssen, um von den Rückständen befreit zu werden.

Beispiel.

Zu La Lincouln[1]) im Haute-Loire-Departement fasst ein Ofen (Taf. IV. Fig. 101, 102) 75 Stück irdene konische Töpfe *a* von 19″ Höhe, 11″ oberem und 9″ unterem Durchmesser. Der mit 5 einhalbzölligen Löchern versehene Boden steht auf einem bauchigen Untersatz *b* von 9″ Höhe, 10″ Weite und 8″ Dchm. unten und oben. *c* Feuerung. *d* Züge. Man besetzt jeden Topf mit 40 Pfd. Erz in der Weise, dass zu unterst $^1/_3$ reicheres, dann $^1/_3$ mit Gangart gemengtes und zu oberst $^1/_3$ armes Erz kommt. Es wird eine Stunde gelinde geheizt, um das Zerspringen der Erzstücke möglichst zu vermeiden, dann 3 Stunden stärker gefeuert und die letzten 2 Stunden wieder schwächer, um den Metallverlust durch Verflüchtigung möglichst zu

1) Karst. Arch. 1 R. XVIII, 177.

vermindern. Nach 20—24stündiger Abkühlung nimmt man aus den Recipienten die 20 — 24 Pfd. schweren Kuchen heraus. Auf 3000 Pfd. Erz verbraucht man 15—16 Cbkfss. Birkenholz und bringt gegen 50% Schwefelantimon aus dem Erze aus. Der Verbrauch an Töpfen ist nicht unbedeutend.

Aehnliche Oefen hat man für ärmere Erze zu Wolfsberg (S. 494), Schleiz[1]) etc.

Oefen mit cont. Betrieb.

b) Oefen mit continuirlichem Betriebe. Dieselben gestatten eine Ausräumung der Rückstände durch eine seitliche Oeffnung unten an den Saigergefässen nach jeder Charge, wodurch nicht unbedeutend an Zeit und Brennstoff gespart wird, so dass diese Methode die vortheilhafteste von allen ist.

Beispiel.

Zu Malbosc[2]) sind Oefen (Bd. I. Taf. XII. Fig. 315) mit 4 Cylindern *a* in Anwendung, von denen jeder 500 Pfd. Erz fasst und etwa 3 Wochen hält. Die Cylinder stehen auf einem Teller, welcher ein Loch zum Ausfliessen des Schwefelantimons hat. Dieses muss eine blaue, nie aber eine rothe Farbe zeigen, in letzterem Falle ist die Temperatur zu hoch. Nach 3 Stunden ist eine Operation beendigt, worauf man die Rückstände entweder oben aus der Ofendecke oder unten aus dem im Cylinder gelassenen Einschnitt, der während der Operation mit einem Thonpfropf verschlossen ist, herausschafft. Man erzeugt stündlich 100 Pfd. Ant. crud. bei einem Ausbringen von 50% und einem Brennmaterialaufwande von 64 Theilen Steinkohlen auf 100 Theile erzeugtes Schwefelantimon, oder von 22 Theilen Steinkohlen auf 100 Theile angewandtes Erz. Während bei dem S. 495. angeführten Saigerverfahren zu Malbosc 100 Kilogr. ausgebrachtes Schwefelantimon 2, 21 Frcs. an Arbeitslohn und 6, 34 Frcs. an Brennmaterial kosten, betragen die Kosten bei diesem Verfahren resp. 1, 53 und 1, 28 Francs.

---

1) Dingl. Bd. 169. [illegible] Ztg. 1863. S. 380. — Preis der Schleiz[illegible] h. Ztg. 1862. S. 128.
2) Karst. Arch[illegible] tschr. 1839. S. 243. Muspra[illegible] 592.

Kerl, [illegible]

ZWEITER ABSCHNITT.

Darstellung von metallischem Antimon.

Theorie.

§. 160. Allgemeines. Dieselbe geschah früher meist aus Antimonium crudum, wird aber neuerdings nicht selten direct aus sehr reichen Erzen vorgenommen. Die Zerlegung des Schwefelantimons geschieht entweder durch combinirte Oxydations- und Reductionsprozesse oder durch Eisen gemeinschaftlich mit alkalischen Flussmitteln (Erzeugung des Regulus, Reguliren). Das dabei erfolgende Metall (Regulus) ist bei nicht ganz reinen Erzen zur Verwendung zu unrein und bedarf noch einer Raffination zur Entfernung von As, Fe, Pb, Cu, S etc. Das Erscheinen eines Sterns auf der Oberfläche des Königs deutet auf einen gewissen Grad der Reinheit (I. 692). Die alkalischen Zuschläge verschlacken Erden- und Metalloxyde, zerlegen Schwefelantimon, Kochsalz führt fremde Metalle als Chloride in die Schlacke und Glaubersalz in Berührung mit Kohle bildet Schwefelnatrium, welches ebenfalls mit fremden Metallen verschlackbare Sulphosalze gibt. Ein Eisenzuschlag zerlegt das Schwefelantimon, geht aber als Antimoneisen zum Theil in den Regulus; ein Zusatz von Schwefelantimon beim Raffiniren des metallischen Antimons schwefelt fremde Metalle, welche dann von Schwefelnatrium in die Schlacke geführt werden.

Erstes Kapitel.

Darstellung von Antimonregulus aus Antimonium crudum.

§. 161. Allgemeines. Die Zerlegung des Schwefelantimons kann geschehen:

Röstreductionsprozesse.

1) Durch Röstreductionsprozesse. Bei vorsichtig geleiteter Röstung geht das Schwefelantimon (I. 25) in schweflige Säure und gelblich weisses antimonsaures Antimonoxyd über, welches letztere aber mit Schwefelantimon eine sehr leichtflüssige Verbindung (Antimonglas) gibt, die nicht weiter fortröstet und keine constante Zu-

sammensetzung hat. Das Röstgut (Antimonoxyd, antimonsaures Antimonoxyd und Antimonoxysulphuret) bedarf dann noch einer Reduction, indem man dasselbe z. B. mit dem 10ten Theil seines Gewichtes rohen Weinstein oder mit 1 Thl. Kohle und 1/2 Thl. Potasche beschickt, in einem feuerfesten Tiegel 1 Stunde lang im Windofen oder auf dem Herd eines Flammofens schmilzt. Bei 65% Ausbringen giesst man das Metall in eine mit Talg oder Lehmwasser ausgestrichene eiserne Form.

Beispiele: Oberungarn.

In **Oberungarn**[1]) wird gepochtes und gemahlenes Ant. crud. in Quantitäten von 3 Ctr. in einem Muffelofen todtgeröstet, wobei man 82% Röstmehl erhält. Davon werden 5 Ctr. mit 10% Kohlenklein und 3—6% Glaubersalz während 20 Stunden in einem französischen Antimonofen (S. 497) eingeschmolzen, dann die Schlacke vom Metallbade abgezogen, auf dieses die sogenannte Sternschlacke (20—25 Pfd. eines Gemenges von 50% todtgeröstetem Ant. crud., 2% Kohlenpulver, 30% rohem Ant. crud. und 20% Potasche) getragen und nach deren Einschmelzen die Masse mit eisernen Löffeln so in Formen geschöpft, dass die Zaine höchstens 3 Lin. hoch mit Schlacke bedeckt sind. Nach dem Erkalten springt dieselbe von selbst ab und die Metalloberfläche zeigt, wenn nicht über 4% Unreinigkeiten vorhanden sind, einen Stern (I. 692). Alsdann wird der zerschlagene König nochmals durch Umschmelzen mit einer gewissen Menge Antim. crud. während längerer Zeit raffinirt, die Masse entschlackt und mit Sternschlacke versehen.

Oxyd. u. re Schmelz.

2) **Durch Oxydation mittelst Salpeters und Reduction.** Ein Gemenge von 8 Ant. crud., 6 rohem Weinstein und 3 Salpeter trägt man in einen glühenden hessischen Tiegel ein und bringt die Masse zum Schmelzen, wobei der Salpeter antimonsaures Antimonoxyd bildet, welches dann vom Weinstein reducirt wird. Diese kostspielige Methode gibt nur ein Ausbringen von 43%.

Präcipit. Schmelz.

3) **Durch Schmelzen mit Eisen und Flussmitteln.** Dieses Verfahren gibt zwar ein höheres Ausbringen, aber auch ein eisenhaltiges, noch einer Raffination

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 408.

bedürftiges Metall. Das Schmelzen geschieht entweder in Tiegeln oder Windöfen oder in kleinen Flammöfen (Linz). Am wirksamsten für die Zerlegung ist Eisenschwamm [1]; derselbe gibt aber leicht ein zu eisenreiches Metall. Bei der geringen Differenz zwischen dem specifischen Gewicht des Schwefeleisens und des Antimons und wegen der grössern Strengflüssigkeit des Schwefeleisens ist eine hohe Temperatur zum Schmelzen erforderlich, bei welcher sich viel Antimon verflüchtigt. Man vermeidet dies durch Anwendung von Zuschlägen (Schwefelnatrium, Glaubersalz und Kohle), welche das Schwefeleisen aufnehmen und dünnflüssige und leichter schmelzbare Schlacken geben, welche sich schon bei mässiger Rothgluth vollständig vom Antimon trennen. Bei einem Ueberschuss von Schwefelnatrium wird Schwefelantimon verschlackt.

Beispiele. Nach BERTHIER [2]) bringt man 65—70% Antimon aus reinem $\dddot{S}b$ aus, wenn 100 von letzterem mit 60 Eisenhammerschlag, 45—50 Soda und 10 Kohlenpulver geschmolzen werden.

Weniger kostspielig ist folgendes Verfahren von LIEBIG [3]) und BENSCH [4]), welches gleichzeitig ein arsenfreies Antimon liefert: 100 $\dddot{S}b$ werden mit 42 Eisenfeile, 10 entwässertem schwefelsauren Natron und $2\frac{1}{2}$—$3\frac{1}{2}$ Kohle zum Regulus geschmolzen, 16 Theile von diesem mit 2% Schwefeleisen, 1 Theil $\dddot{S}b$ und 2 Theilen Soda 1 Stunde lang im Fluss erhalten und der dabei erfolgende Regulus nochmals mit $1\frac{1}{2}$, dann mit 1 Soda umgeschmolzen, bis die Schlacke eine hellgelbe Farbe zeigt. Zur Abscheidung des Arsens scheint die Gegenwart des Schwefeleisens unerlässlich zu sein, indem sich wahrscheinlich eine dem Arsenkies ähnliche Verbindung erzeugt.

Man erhält nach dieser Methode, welche sich auch für die Reinigung der nach 1 und 2 dargestellten Könige eignet

1) B. u. h. Ztg. 1861. S. 292.
2) KARST., Arch. 1 R. IV, 261; VIII, 285; XI, 39; XIII, 380. — DUMAS, angew. Chem. IV, 157.
3) ERDM., J. f. pr. Ch. IX, 164; XLIII, 78. DINGL., Bd. 63. S. 44.
4) DINGL., Bd. 107. S. 214.

von 16 Theilen unreinem Antimonregulus 15 Theile Antimon, welches frei von Cu, As, Fe, Pb und S ist.

KARSTEN[1]) empfiehlt ein Schmelzen der gehörig aufbereiteten und noch nicht gesaigerten Erze (200—300 Pfd.) mit 35—36 % Schmiedeeisen, mit Glaubersalz, Potasche, Kochsalz und Kohle in einem Flammofen mit ausgetieftem Schmelzherd. Nach 8—10stündiger Schmelzung sticht man das Antimon unter der Schlackendecke ab. Dieses wird in Tiegeln von 20—30 Pfd. Inhalt mit Potasche, Kochsalz und Kohlenstaub oder etwas Weinstein umgeschmolzen.

Zu Magurka[2]) schmilzt man 18—20 Pfd. Ant. crud. mit den entsprechenden Zuschlägen von Eisen, Potasche und Pfannenstein in Graphittiegeln im Windofen und wiederholt dieses Verfahren mit dem König nochmals.

Zweites Kapitel.

Darstellung von Antimonregulus direct aus Erzen.

§. 162. Allgemeines. Dieses Verfahren ist neuerdings bei reicheren Erzen mehrfach in Anwendung gekommen und zwar geschieht das Schmelzen je nach der Reichhaltigkeit der Erze in Tiegeln, Schachtöfen oder Flammöfen und zwar wird das Metall entweder durch Zerlegung des Schwefelantimons durch Eisen (London) oder durch Röstreductionsprozesse (Septèmes, Bouc) gewonnen.

Anwendbarkeit.

§. 163. Tiegelschmelzen mit Antimonerzen. Dieses Verfahren kommt meist nur bei sehr reichen Erzen in Anwendung und bedarf es dazu weniger sehr feuerbeständiger, als solcher Tiegel, welche bei geringerer Temperatur das Metall am Durchgehn hindern, indem Antimonoxyd die feuerbeständigsten Schmelztiegel sehr leicht zerstört und überhaupt ein energisches Flussmittel ist.

Erfordern[isse].

Auf ENTHOVEN's Bleiwerk in London[3]) (Rotherhithe,

Beispie[l] Rotherhi[the].

1) KARSTEN, Metallurgie. IV, 544. — DUMAS, angew. Chem. IV, 159.
2) Oesterr. Ztschr. 1856. S. 59.
3) B. u. h. Ztg. 1863. S. 328.

Upper Ordonance Warf) werden Antimonerze (Schwefelantimon, wenig Weissspiessglanzerz) mit 50—55% Gehalt in Eigrösse in schwach rothglühende Tiegel (aus feuerfestem Thon, Graphit und alten Tiegelscherben hergestellt) gethan, eine Quantität alkalihaltige Schlacke vom Feinschmelzen darauf gebracht und 20 Pfd. altes Brucheisen zu oberst gegeben, die Masse allmälig in Fluss gebracht, die Eisenstücke hineingedrückt, nach eingetretenem Fluss (nach 1½—2 Stunden) die Masse in konische Eisenformen gegossen, der Tiegel wieder mit einer neuen Charge gefüllt und das Metall nach dem Erkalten mit leichten Hammerschlägen in rohes Antimon und Schwefeleisen geschieden, welches erstere noch raffinirt wird. In 12 Stunden schmilzt man 10—11 Ctr. Erz.

Beispiel. Septèmes und Bouc.

§. 164. Flammofenschmelzen mit Antimonerzen. Dieses Verfahren ist zu Septèmes und Bouc[1]) bei Marseille für Schwefelantimon und Antimonblüthe aus Constantine mit 60% Antimon und Rothspiessglanzerz mit 45—55% aus Corsika und Toskana in Anwendung.

Die geschwefelten Erze werden geröstet, dann die reicheren und reineren im Flammofen, die ärmeren und unreineren im Schachtofen verschmolzen. Das Rösten geschieht in Posten von 250—300 Kil. in Röstöfen (Taf. IV. Fig. 103, 104) mit 2 Rosten *a* auf einem ovalen Herd *b*, von welchem die flüchtigen Röst- und Verbrennungsproducte durch den Fuchs *c* in den Schornstein *d* ziehen. *e* Schlot zum Schutz der Arbeiter. Der Ofen wird nach dem Eintragen des Röstgutes geschlossen, dieses bei mässiger Feuerung nach 2 Stunden gewandt und 6 Stunden lang geröstet, bis sich keine schweflige Säure mehr entwickelt. Man erhält 12—15% Gewichts- und darunter 1½—2% Antimonverlust. Das mit den oxydischen Erzen und Hüttenrauch gemengte Röstgut wird in Posten von 180—200—250 Kil. mit 40—50 Kil. Zuschlägen (Kochsalz, Soda und Glaubersalz, letztere beiden in geringerer Menge oder ganz ohne Glaubersalz), 30—35 Kil. Holzkohlenklein und 100—150 Kil. Schlacke von der vorigen Charge beschickt. Man trägt zunächst die Zuschläge

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 195.

durch eine Oeffnung *a* (Taf. IV. Fig. 105, 106) im Gewölbe des Ofens oder durch die Arbeitsthür auf den Herd *b* ein, schmilzt sie innerhalb 1 Stunde und fügt dann die übrigen Bestandtheile, alle Viertelstunde 1 Schaufel voll = 20 Kil., nach. Bei fortwährendem Rühren im Herde zieht man den entstandenen Schaum ab, feuert zuletzt stärker, lässt dann Schlacken und Metall durch den Stich *c* in den Stechherd *d* ab, hebt nach dem Erstarren beide zusammen aus, entfernt die Schlacken und zerschlägt das Metall behuf weiterer Raffination in Stücke. Man braucht bei 4—6 stündiger Schmelzdauer 250—300 Kil. Stein- oder Braunkohlen, bringt statt 50 nur 42—43% Metall aus, gewinnt aber auch einen Theil aus dem Rauch, welcher sich in einem mit dem Hauptschornstein für 2 Oefen communicirenden 300—380 Fuss langen Condensationscanal absetzt. Der Rauch hält bis 50% Antimon. Das Kochsalz greift, wohl wegen Bildung von flüchtigem Chloraluminium, Ofenwände und Ofensohle stark an.

§. 165. Schachtofenschmelzen mit Antimonerzen. Die Schachtöfen gestatten gegen die Flammöfen ein besseres Ausbringen bei verringerten Hüttenkosten, beides aber nur bei armen, für letztere Oefen nicht mehr taugenden Erzen. Zu Septèmes und Bouc werden ärmere Erze mit 30—40% Antimon im Flammofen abgeröstet, wobei man in 6 Stunden 1000 Kil. Erz mit 200 Kil. Kohlen, 12% Verlust und darunter 2% Antimonverlust verarbeitet. Man verschmilzt in 24 Stunden 2000—2500 Kil. Röstgut mit 1000—1250 Kil. Koks in einem 3förmigen Spurofen mit verdecktem Auge, von den Formen bis zur Gicht 3,3 Met. hoch, 0,8—0,9 M. tief und 0,6 M. breit. Das erfolgende Metall mit 92—95% Antimon wird raffinirt.

Beispiel: Septèmes

Drittes Kapitel.

Raffination des Rohmetalles.

§. 166. Allgemeines. Die Raffination beruht darauf, dass man das Rohmetall, welches noch Cu, As, Pb, Fe, S ent-

Theorie

halten kann, im geschmolzenen Zustande mit oxydirenden (Salpeter, antimonsaurem Antimonoxyd) und solvirenden Agentien (Potasche, Soda) behandelt, um die fremden Metalle zu oxydiren und zu verschlacken, oder dieselben (Fe, As, Pb, Cu) durch Zusatz von etwas Schwefelantimon oder Glaubersalz (Pfannenstein) und Kohle schwefelt und sie als Schwefelsalze in die Schlacke überführt oder durch Beimengung von Kochsalz flüchtige oder verschlackbare Chloride erzeugt. Antimonsaures Antimonoxyd zerlegt Schwefelantimon ($3\,\overline{\dddot{Sb}}\,\overline{\overset{.....}{Sb}} + 4\,\overline{Sb}''' = 10\,Sb + 12\,\ddot{S}$). Die Soda wirkt ausser als Flussmittel zerlegend auf Schwefelarsen unter Bildung von Kohlensäure, arseniger Säure und Schwefelnatrium. Letzteres schmilzt mit $Fe\,S$, $Cu^2\,S$ und $As\,S^3$ zusammen, während die arsenige Säure vom Natron aufgenommen wird. Zur vollständigen Entfernung des Arsens ist oft ein mehrmaliges Umschmelzen mit Soda erforderlich. Ein Eisengehalt begünstigt dessen Abscheidung wegen Bildung einer Arsenkies ähnlichen Verbindung; man muss deshalb bei fehlendem Eisengehalt etwas Schwefeleisen zusetzen. Das Raffiniren geschieht in Tiegeln in Flammöfen (Septèmes und Bouc) oder Windöfen (London). Damit die Brode oberflächlich die im Handel gewünschten und auf eine gewisse Reinheit deutenden, Farrenkraut ähnlichen Zeichnungen (Stern) erhalten, muss man dieselben in der Form unter Schlacke (Sternschlacke) erstarren lassen und dabei jede Erschütterung der Form vermeiden.

Beispiele. London.

1) Auf dem Londoner Werke wird das Rohmetall (S. 501), je nachdem dem Bruchansehn zufolge mehr oder weniger Eisen vorhanden ist, separirt, die eisenreicheren Stücke mit den eisenärmeren zusammen geschmolzen, dann 70—80 Pfd. davon während 1—1½ Stunden mit Kochsalz im Flusse erhalten. Man giesst das feingeschmolzene Metall in halbkugelförmige eiserne Formen aus, entfernt die Schlacke, zerschlägt den König, sortirt die Stücke sorgfältig zur Erzielung eines passenden Gemenges und schmilzt behuf der Raffination 60—70 Pfd. in einem rothglühenden Tiegel mit 1—2 Pfd. amerikanischer Potasche und 10 Pfd. Schlacke von derselben Arbeit. Nach dem Einschmelzen wird mit

einem Eisenstab umgerührt und nach dem Aussehn der anhaftenden Schlacke der Gang der Reinigung beurtheilt. Ist die Schlacke glänzend und von tief schwarzer Farbe, so giesst man das Metall in Formen und hält es bis zum Erstarren mit Schlacke bedeckt. Ein Mann kann in 12 Stunden 15—17 Ctr. Metall darstellen.

Septèmes.

2) Zu Septèmes und Bouc beschickt man jeden Tiegel mit 22 Kil. Rohmetall (S. 502), 6—8 Kil. schwefelsaurem und kohlensaurem Natron, vermischt mit etwas Kochsalz und sehr reinem oxydirten Antimonerz und erhält 20 solcher Tiegel während 6 Stunden auf dem Herd *a* eines Flammofens (Taf. IV. 107, 108) in schwacher Rothgluth, wobei man 200—250 Kil. Braun- und Steinkohle verbraucht. *b* Eintrageöffnung. *c* Fuchs. Man giesst das Raffinad zu 10—12 Kil. schweren Broden in Formen und zieht nach dem Erkalten die Schlacke ab.

Methoden von WÖHLER, MEYER u. A.

3) Sonstige Raffinationsmethoden sind empfohlen von WÖHLER[1]) (Glühen des Metalles mit 1 Schwefelantimon, $1\frac{1}{4}$ Salpeter und $1\frac{1}{2}$ Potasche, Auslaugen mit Wasser zur Ausziehung von arsensaurem Kali, Reduction des Rückstandes mit $\frac{1}{2}$ Weinstein), MEYER[2]) (Glühen mit $\frac{1}{4}$ Natronsalpeter und $\frac{1}{2}$ Soda, Auswaschen mit Wasser und Schmelzen des Rückstandes mit $\frac{1}{2}$ Weinstein), LIEBIG (S. 500), KARSTEN (S. 501), SCHIEL[3]) (Schmelzen von 16 Regulus mit $1\frac{1}{2}$ Soda unter wiederholtem Zusatz von etwas Salpeter und Umrühren mit einem Thonstäbchen), BERZELIUS (Schmelzen von 2 Metall mit 1 Antimonoxyd), MUSPRATT (Schmelzen von 4 Antimon mit 1 Braunstein, wiederholtes Schmelzen des Königs mit $\frac{1}{10}$ Potasche) etc.

1) POGG. Ann. Bd. 27. S. 628.
2) Ann. d. Chem. u. Pharm. Bd. 66. S. 238.
3) ERDMANN, J. f. pr. Ch. Bd. 73. S. 18?.

VI. Arsen.

Arsenerze.

§. 167. Arsenerze. Zur Darstellung der Arsenikalien (metallisches Arsen, arsenige Säure, Arsenschwefelungen) werden auf den Arsenhütten hauptsächlich nachstehende Erze[1]) angewandt, welche die Eigenschaft haben, beim Erhitzen unter Luftabschluss metallisches Arsen oder Schwefelarsen, oder beim Rösten arsenige Säure in grösserer Menge zu entwickeln.

1) Gediegen Arsen (Scherbenkobalt, Näpfchenkobalt), zuweilen mehr oder weniger Eisen, Kobalt, Nickel, Antimon und Silber enthaltend und in Antimonarsen, $Sb\,As^{18}$ mit 92,03 As übergehend, Dasselbe wird entweder als fertiges Product in den Handel gegeben oder, z. B. bei einem Silbergehalt (Andreasberg) oder wenn dasselbe in andere Erze eingesprengt ist, durch Rösten in flüchtige arsenige Säure verwandelt.

2) Arsenkies (harter Giftkies, Mispickel) $\bar{F}e + Fe\,As$ mit 34,4% Eisen, 46,0% Arsen und 19,6% Schwefel. Kommt auf Gängen und Lagern oder eingesprengt in Gneus, Glimmerschiefer und Serpentin mit Zinnerz, Wolfram, Eisenkies, Flussspath etc., z. B. im böhmischen und sächsischen Erzgebirge, zu Reichenstein in Schlesien u. a. vor.

3) Arsenikalkies (weicher Giftkies), Fe^4As^3 mit 33,2% Eisen und 66,8% Arsen, findet sich unter anderm zu Reichenstein in Schlesien mit 9% Arsenkies auf

1) v. Dechen, Statistik des zollver. Deutschl. I, 774.

Lagern und eingewachsen in Serpentin und körnigem Kalkstein. Auch kommt die Zusammensetzung $FeAs$ mit 72,84 As vor (Reichenstein, Schladming, Andreasberg etc). Zuweilen sind solche Kiese goldhaltig (Reichenstein, Ribas).

4) Manche Kobalt-, Nickel- und Zinnerze, z. B. Kobaltarsenkies $(Fe, Co) S^2 + (Fe, Co) As$, Speiskobalt $(Co, Fe, Ni) As$, Tesseralkies $Co^2 As^3$, Kobaltglanz $\ddot{C}o + Co As$, Kupfernickel $Ni^2 As$, Weissnickelkies $Ni As$ etc.

Letztere Erze werden nicht absichtlich als Arsenerze gefördert, sondern bei der in einem Rösten bestehenden Vorbereitung zur Gewinnung des Hauptmetalles (Ni, Co, Sn etc.) nebenbei auf arsenige Säure benutzt.

§. 168. Arsenproben. Diese Proben bezwecken im Allgemeinen, zu ermitteln, wie viel metallisches Arsen oder arsenige Säure oder Arsensulphurid (und letzteres von welcher Qualität) sich aus einem gegebenen Erze oder Zwischenproducte hüttenmännisch gewinnen lässt. Die genaue quantitative Bestimmung eines Arsengehaltes muss auf analytischem Wege geschehen.

Zweck der Proben.

A) Proben auf metallisches Arsen. $\frac{1}{2}$—1 Pfd. Civilgewicht von der Probesubstanz werden entweder für sich oder bei Anwesenheit von Schwefelverbindungen mit etwas Potasche, gebranntem Kalk etc., oder bei Anwendung von arseniger Säure mit 16—20% Holzkohlenpulver gemengt und in einer Retorte oder einer Thonröhre 1—1½ Stunden allmälig bis zur Rothgluth erhitzt. Das sublimirte Arsen lässt man sich grösstentheils auf ein in die Mündung des Halses eingestecktes und zusammengerolltes dünnes Eisenblech absetzen, ein Theil Arsen sammelt sich in der aus einer Kupfertute bestehenden, mit dem Retortenhals bis auf eine kleine Oeffnung gut lutirten Vorlage. Alles sublimirte Arsen wird gesammelt und gewogen. Bei gut gerathener Probe stimmen Probe und Gegenprobe und das Arsen zeigt bei metallischem Glanze ein krystallinisches Gefüge.

B) Proben auf arsenige Säure. Es kommt dem Hüttenmanne weniger vor, einen Rohstoff auf die daraus darstellbare Menge arseniger Säure zu prüfen, als zu er-

mitteln, wie viel reine arsenige Säure eine unreine arsenige Säure enthält. Sind andere sublimirbare Substanzen in derselben nicht enthalten, so lässt sich die reine arsenige Säure durch Sublimation in einer Retorte abscheiden. Andernfalls muss man zum nassen Wege seine Zuflucht nehmen, die arsenige Säure mit kochendem Wasser ausziehen und durch Wägen des Rückstandes erstere aus dem Verluste ermitteln.

Methoden zur Bestimmung der arsenigen Säure mittelst titrirter Flüssigkeiten sind in MOHR's Lehrbuch der Titrirmethoden angegeben.

C) Proben auf Arsensulphuride. Diese haben den Zweck

1) zu ermitteln, welche Menge Sulphurid sich aus einem Erze (natürliches Realgar und Rauschgelb) oder Erzgemenge (Arsenkies etc. mit Schwefelkies) oder aus einem künstlichen Gemenge (Arsen und Schwefel, arsenige Säure und Schwefel etc.) durch Sublimation darstellen lässt und welche Beschaffenheit das resultirende Product hat; oder

2) durch Sublimationsversuche auszuprobiren, welche Zuschläge und in welcher Quantität man dieselben zu einer vorliegenden arsenhaltigen Substanz geben muss, um ein Product von bestimmter Farbe zu erhalten. Stöchiometrische Rechnungen können dabei sehr förderlich sein.

Verschiedene Methoden.

§. 169. Gewinnungsmethoden des Arsens und seiner technisch wichtigen Verbindungen. Die Arsenhütten liefern als technisch anwendbare Producte: metallisches Arsen (Fliegenstein), arsenige Säure (weisses Arsenglas, weissen Arsenik) und Arsensulphuridefarbige Arsengläser, Realgar und Rauschgelb), von denen die Darstellung der arsenigen Säure den Hauptfabrikationszweig bildet.

Mängel derselben.

Die Darstellung dieser Producte sowohl, als auch die mit derselben verbundenen Mängel und practischen Schwierigkeiten beruhen auf der grossen Flüchtigkeit des Arsens und seiner Verbindungen mit Sauerstoff und Schwefel. Metallisches Arsen verflüchtigt sich bei 180° C., arsenige Säure bei 185° C. und die Arsensulphuride bei Rothglühhitze. Hinsichtlich ihrer Schmelzbarkeit ist zu merken, dass Realgar leichtflüssiger ist, als Rauschgelb und letzteres wieder

leichtflüssiger als die arsenige Säure. Das metallische Arsen geht bei dem Erhitzen aus dem festen Aggregatzustand sofort in den gasförmigen über.

Erstes Kapitel.

Darstellung von metallischem Arsen.

Allotropische Modificationen des Arsens.

§. 170. Allgemeines. Das metallische Arsen (I. 962) kommt nach BERZELIUS[1]) in zwei allotropischen Modificationen vor. Die eine, Asα, erzeugt sich, wenn Arsen stark erhitzt oder in einem Gefässe sublimirt wird, dessen zur Ablagerung des Sublimates bestimmte Theile nahe dieselbe Temperatur haben, bei welcher festes Arsen gasförmig wird. Solches in einer Atmosphäre von Arsengas abgesetztes Arsen ist fast weiss, stark metallisch glänzend, schuppig krystallinisch, oxydirt sich in der Luft wenig, selbst nicht bei einer Temperatur über 80° C., und ist unter dem Namen Fliegenstein Handelswaare. Man erzielt dessen Darstellung dadurch, dass man keine zu grossen Vorlagen wählt und eine zu starke Abkühlung derselben vermeidet.

Die andere Modification, Asβ, entsteht, wenn Arsen in Gasform mit einem andern erhitzten Gase (welches z. B. bei der Reduction der arsenigen Säure mittelst Kohlenpulver aus Kohlensäure und Kohlenoxydgas bestehen kann) sich entwickelt und auf die weniger stark erhitzten Theile des Sublimirapparates absetzt. Dasselbe ist ein dunkelgraues, krystallinisches Pulver, welches sich an der Luft, namentlich bei erhöhter Temperatur, leicht oxydirt. Dieses Product (graues Arsenik) wird meistens auf den Arsenhütten selbst weiter benutzt, z. B. zur Darstellung der farbigen Arsengläser, und ist dessen Aggregatzustand dazu mehr geeignet, als der der Modification Asα.

Materialien für die Arsenbereitung.

Zur Darstellung des Arsenmetalles, dessen Absatz auf den Hütten gewöhnlich nur unbeträchtlich ist, bedient man sich

1) POGG., Ann. Bd. 61, S. 7.

1) des Arsenkieses $\overset{..}{Fe} + Fe As$ und des Arsenikalkieses Fe^4As^3, welche bei erhöhter Temperatur unter Luftabschluss ihren Arsengehalt entweder fast ganz ($\overset{..}{Fe} + Fe As = 2FeS + As$) oder theilweise ($Fe^4As^3 = Fe^4As + 2As$) fahren lassen. Weder durch Sublimation, noch durch Röstung lassen sich aus Arsenkies die letzten Antheile von Arsen entfernen, was z. B. in Reichenstein die Zugutemachung der Rückstände (Arsenikabbrände) auf Gold erschwert. Durch einen Zuschlag von Potasche oder gebranntem Kalk bindet man einen Schwefelgehalt (Verfahren in Reichenstein, Spanien). Arsenkies für sich bei Luftabschluss erhitzt, gibt anfangs ein rothes Sublimat von Schwefelarsen, lässt dann aber seinen ganzen Arsengehalt fahren.

2) der arsenigen Säure, indem man dieselbe mit Kohle bei Luftabschluss erhitzt (Altenberg).

Kiese gestatten zwar nur eine beschränkte Production und sind kostspieliger zu verarbeiten, als arsenige Säure, geben aber ein Product von grosser Schönheit und Reinheit ($As\alpha$). Kommt es auf letztere Eigenschaften nicht an, namentlich nicht auf einen Gehalt des Productes an arseniger Säure, so ist die Verarbeitung der arsenigen Säure vorzuziehen, von welcher ein mürbes und schwarzgraues Sublimat ($As\beta$) erfolgt, in welchem eine innige Beimengung von arseniger Säure nicht zu verkennen ist.

Sublimiröfen. Zur Darstellung des metallischen Arsens sind Galeerenöfen (Bd. I. Taf. 12. Fig. 308—310) in Anwendung, über deren Feuerung die Sublimirgefässe (Röhren, Retorten, Giftkrüge) reihenweise über einander liegen. Einen wesentlichen Einfluss auf das Ausbringen üben die Retorten, welche dem Einflusse des Feuers und dem Erzgewichte zu widerstehen haben und dicht genug sein müssen, um keine Arsendämpfe durch die Poren entweichen zu lassen. Es empfehlen sich zu ihrer Herstellung im Allgemeinen 2 Theile Chamotte (alte gemahlene Ziegel- und Retortenstücke) und 1 Theil frischer Thon; auch wirkt ein Beschlag aus Lehm, Blut, Kälberhaaren, Eisenhammerschlag und Alaun günstig, sowie ein Glasiren, indem man die

ungebrannten Röhren nach gehörigem Austrocknen möglichst ebnet, mit einem Brei von gebranntem und ungebranntem Thon oder auch mit gepulvertem Quarz einreibt und brennt (Reichenstein).

Nachdem die Röhren mit Kies etc. gefüllt sind, wird ein zusammengerolltes Schwarzblechtäfelchen zur Aufnahme des Arsens in die Mündung derselben gesteckt und die Vorlage anlutirt.

Die Feuerung leitet man durch Züge im Gewölbe. Nach beendigter Operation, deren Dauer nur nach dem von der Erfahrung bestimmten Zeitmaasse ermessen werden kann, lässt man den Ofen erkalten, nimmt die Vorlagen weg und rollt die Fliegensteinbleche behutsam aus einander, um die Arsenlamellen nicht zu beschädigen.

Bei zu weiten und zu kurzen Röhren erzeugt sich viel graues Arsen mit arseniger Säure und Arsensuboxyd, indem im ersteren Falle viel atmosphärische Luft vorhanden ist und im andern Falle der Arsendampf zwischen der Blechspirale hindurch in die mit Luft gefüllte Vorlage tritt und sich hier theilweise oxydirt. Bei zu kühl gehaltenen Röhren erfolgt ebenfalls pulverförmiges Arsen.

§. 171. Beispiele für die Arsengewinnung.

A. Zu Reichenstein in Schlesien[1]) verarbeitet man in Serpentin vorkommenden Arsenikalkies (I), welcher auch Arsenkies (II) enthält, von der folgenden Zusammensetzung:

Reichenstein.

	Fe	As	S	Bergart	Summe
I	31,51	65,61	1,09	1,04	99,25
II	33,08	45,92	19,26	1,97	100,23.

Die Grube liefert 3 Sorten Erz, Stufferz mit 45%, Pocherz mit 20% und Grubenklein mit 24% arseniger Säure. Jede dieser Sorten wird gepocht und verwaschen, und die dabei erfolgenden zusammengemengten Schliege geben durchschnittlich 30% arsenige Säure.

Das Erhitzen der Schliege geschieht in einem Galeerenofen in 26 Röhren von 26—28 Zoll Länge und 5 Zoll Durchmesser, welche mit auf Stützen ruhenden thonlutirten

1) Karst. Met. IV., 582, 584. — Ville in Ann. d. min. 4 sér., XI. 1 livr. de 1847. p. 77.

Vorlagen versehen sind. Zwischen Vorlage und Röhre befindet sich ein zusammengerolltes Eisenblech, welches in beide 4 Zoll hineinragt. Von den 26 glasirten Röhren liegen an jeder Seite 13, in der unteren Reihe 7, darüber in den Zwischenräumen 6; die Vorlagen haben an der Stirn eine kleine Thür von Eisenblech, die bis gegen Ende der Operation, so lange ein Beobachten der Röhre nicht nöthig ist, mit Lehm verstrichen wird. Zum Abziehen des Rauches und der Flamme finden sich Oeffnungen im Gewölbe des Ofens. Das erste Anfeuern mit Steinkohlen geschieht ohne Vorlagen, welche erst angebracht werden, wenn sich Arsendämpfe entwickeln. Eine Ofenfüllung von 5 Ctr. röschem Erzschlieg liefert in 10 Stunden etwa 100 Pfd. = 20% Arsen, wovon 90% als Fliegenstein verwerthbar sind und 10% als Arsenpulver erfolgen. Die Rückstände aus den Röhren geben beim Rösten noch etwa 30% arsenige Säure.

Die Fabrikation des Arsens ist nicht so lohnend, als sie der Beschaffenheit der Erze nach sein könnte; nur durch einen hohen Hitzgrad gelingt es, 20%, also noch nicht die Hälfte des wirklichen Arsengehaltes auszutreiben, der Rest wird hartnäckig zurückgehalten. Selbst durch das nachherige Rösten will es nicht gelingen, alles Arsen zu entfernen. Die resultirenden Abbrände lassen sich daher auch schwerer entgolden (S. 371) und geben eine geringe Ausbeute. Dasselbe gilt von den Rückständen der Realgarbereitung.

Ribas.

B. Zu Ribas in der spanischen Provinz Catalonien [1]) wird derber Arsenkies mit beigemengtem grauen Quarze in Quantitäten von 8—9½ Ctr. sächs. in die 22 Röhren *a* von 27 Zoll Länge und 7 Zoll Durchmesser des Galeerenofens (Taf. V. Fig. 112, 113) vertheilt und bei einem Brennmaterialaufwand von 200 Stück Torf und 2—2½ Scheffel Steinkohlen 9 Stunden lang erhitzt, wobei 2 Ctr. Metall in den Vorlagen *b* erfolgen. *c* Züge. *d* Rost.

Altenberg.

C. Zu Altenberg [2]) in Sachsen setzt man ein Gemenge von 1 Ctr. arseniger Säure mit 0,2 Hectoliter Holzkohlenpulver einer Reduction und Sublimation in eisernen Töpfen

1) Lampadius in B. u. h. Ztg. 1853. S. 764.
2) Dumas, angew. Chemie IV, 110. 1835.

aus. Auf 1 Ctr. arsenige Säure gehen 3,2 Hectoliter grobe und 1,32 Hectoliter kleine Steinkohlen.

Zweites Kapitel.

Darstellung von arseniger Säure (weissem Arsenglas).

§. 172. Allgemeines. Die Gewinnung der arsenigen Säure ($\ddot{A}s$ = 75,81 As und 14,19 O) geschicht gewöhnlich nebenher bei der Röstung arsenhaltiger Silber-, Zinn-, Kupfer-, Kobalt- und Nickelerze (Sachsen, Cornwall, Andreasberg), seltener werden dazu Arsenkiese oder Arsenikalkiese (Reichenstein) verwandt.

Materi[al]

Es kommen dabei folgende Hauptoperationen vor:

Manipula[tio]nen.

1) Die Darstellung von Giftmehl (pulverförmiger arseniger Säure) durch Rösten der arsenhaltigen Substanz. Auf die Qualität desselben ist die Construction der Röstöfen von besonderem Einflusse. Die Röstöfen gewöhnlicher Art, in welchen die Flamme des Brennmaterials mit dem Röstgut in Berührung kommt, liefern ein mit kohligen Theilen verunreinigtes Product, bei dessen nachherigem Umsublimiren leicht eine Reduction der arsenigen Säure und dadurch eine Verunreinigung des Arsenglases durch metallisches Arsen eintritt. Man wählt deshalb gewöhnlich eine solche Ofenconstruction, bei welcher die Flamme des Brennmaterials nicht mit dem Röstgut in Contact tritt, sondern einen muffelartigen Raum umspielt, in welchem das Röstgut durch die strahlende Wärme der Muffel erhitzt wird (Altenberg, Reichenstein, Andreasberg). Derartige Oefen erfordern jedoch mehr Brennmaterial, als solche mit gewöhnlicher Flammenfeuerung, weshalb man sich neuerdings den letzteren Apparaten wieder zugewandt, aber dabei darauf Bedacht genommen hat, dass ein wenig Rauch gebendes und gehörig zerkleintes Brennmaterial, z. B. Holz, zur Anwendung kommt und durch zweckmässige Vorrichtungen eine vollständige Verbrennung des Rauches erfolgt, oder man hat

Darstell[ung] von Gift[mehl]

Röstöfe[n]

den Oefen eine, in Betreff der Reinlichkeit nichts zu wünschen übrig lassende Gasfeuerung gegeben[1]) (**Ribas**). Bei Herstellung der Oefen muss noch besonders darauf Bedacht genommen werden, dass die Arbeiter vom Arsenikrauche nicht belästigt werden (I. 543).

Chargiren. Beim Chargiren schliesst man die mit den Giftkammern communicirende Oeffnung, um eine Verunreinigung der arsenigen Säure durch Staub zu vermeiden. Während des Röstens muss das Röstgut öfters, aber vorsichtig umgekrählt werden. Enthält dasselbe Schwefelverbindungen, so gehen dieselben bei Anwendung einer zu hohen Rösttemperatur mit über und geben beim Raffiniren des Arsenmehles leicht ein gelbes oder schwarzes Glas.

Die Zeit der Röstung richtet sich hauptsächlich nach der Reichhaltigkeit, der Korngrösse und der Aufschliessbarkeit des Erzes.

Giftfänge. Von Einfluss auf das Ausbringen an Giftmehl ist die Construction der mit den Röstöfen in Verbindung stehenden Condensationsräume (Giftfänge) für das Giftmehl. Gewöhnlich wendet man Giftthürme mit mehreren über einander liegenden Kammern an (Bd. I. Taf. 12. Fig. 290). Diesen sind nach Lampadius[2]) langgezogene Condensatoren[3]) (Bd. I. Taf. 10. Fig. 240) vorzuziehen, indem in denselben eine vollständigere Abkühlung stattfindet, als in Thürmen, in welchen der Rauch gleiche Längen zu durchlaufen hat. Die äussern Kammern erhitzen in diesen die mittleren, die untern die oberen und wegen der Höhe der Thürme wird der Luftzug vermehrt, was ein Fortführen von Rauchtheilen zur Folge hat; auch lassen sich die Giftthürme schwieriger ausräumen. Bei Muffelröstöfen ist der Zug in den Thürmen unbedeutend, die heissen Dämpfe bewegen sich langsam und geben wegen zu langsamer Abkühlung im Handel nicht erwünschte grössere Krystalle. Bei liegenden Canälen und Gasflammöfen strömen die Dämpfe schneller nach den kälteren Theilen und werden rascher condensirt.

1) Lampadius in B. u. h. Ztg. 1853. S. 767.
2) B. u. h. Ztg. 1853. S. 770.
3) Plattner's Röstprozesse. 1856. S. 353.

Localverhältnisse müssen gewöhnlich über die Wahl der Condensatoren entscheiden. LAMPADIUS empfiehlt als am wirksamsten horizontale Giftfänge mit Wassercondensation. KARSTEN [1]) redet den Giftthürmen das Wort.

Röstprodu

Als Producte des Röstens erhält man:

a) Giftmehl, ein mehr oder weniger graues Pulver, welches nur selten Handelswaare ist und meist raffinirt wird. Das Mehl aus den untern Kammern ist schwerer als aus den oberen.

b) Rückstände, Arsenikbrände, Arsenikabbrände, welche neben den feuerbeständigen Bestandtheilen des Erzes auch arsensaure Salze enthalten. Dieselben werden entweder weggeworfen (Altenberg) oder auf Gold (Reichenstein, Ribas) oder Silber (Andreasberg) weiter verarbeitet.

Darstellu von Arseng

2) Das Raffiniren des Giftmehls behuf Darstellung von Arsenglas. Diese Operation besteht in einem mehrmaligen Umsublimiren des Giftmehls, um dasselbe von den ihm mechanisch beigemengten feuerbeständigen oder fein beigemengten Theilen von Brennmaterial zu befreien (das Gröbmachen) und dasselbe darauf in eine glasartige Masse (weisses Arsengas) zu verwandeln, in welcher Form dasselbe meistens im Handel verlangt wird (das Glasmachen).

Gröbmacl

a) Das Gröbmachen. Es kommt dabei besonders darauf an, durch ein möglichst gelindes und gleichförmiges Erhitzen des Giftmehls in gusseisernen Kesseln (Giftschüsseln) des Raffinir- oder Weissofens mit aufgesetzten Cylindern von Gusseisen, Eisenblech oder Zink (Trommeln, Hüten) die arsenige Säure zu sublimiren und die feuerbeständigen Unreinigkeiten aber auf dem Kesselboden zurückzuhalten. Bei zu hoher Temperatur tritt ein Zusammensintern der Masse im Kessel ein, in Folge dessen ein nicht unbedeutender Theil der arsenigen Säure durch Kuchenbildung zurückgehalten wird und auch eine Sublimation der fremden Stoffe eintreten kann, wodurch dem Zwecke der ganzen Operation entgegengewirkt wird. Von dem schweren Mehl

1) KARSTEN, Met. IV, 589.

der unteren Giftkammern gibt man geringere Einsätze, als von dem leichteren der obern. Bei gut geleitetem Prozess setzt sich die arsenige Säure als ein gleichförmig lockeres, zartes Sublimat in den Trommeln ab, ein Theil entweicht uncondensirt und muss in Flugstaubkammern aufgefangen werden. Auf einigen Hütten (z. B. Altenberg, Reichenstein, Andreasberg) erfolgt jedoch die arsenige Säure schon als Glas (Rohglas).

Zur möglichsten Vermeidung von Verlusten müssen die Trommeln mit den eisernen Kesseln gut verkittet werden. Die Operation ist beendigt, wenn man mit einer Visirnadel auf dem Kesselboden nur Erzstaub fühlt oder dieselbe beim Einbringen in den Hut nicht mehr weiss beschlägt.

Den Rückstand gibt man wieder zum Erzrösten, die Gröbe oder das Rohglas wird durch nochmaliges Sublimiren in raffinirtes Arsenglas verwandelt.

Die Dauer der Raffinirkessel variirt nach der Beschaffenheit des Gusseisens; dieselben werden nicht, wie man wohl angegeben findet, durch Bildung von Arseneisen zerstört, sondern nur an der Stelle des Bodens durchgebrannt, welcher von der Flamme zumeist getroffen wird. Eine Schicht von Arseneisen bildet sich bald nach den ersten Chargen in der Dicke einer Linie und schützt das darunter liegende Eisen vor fernerer Einwirkung.

Glasmachen. b) Das Glasmachen. Diese Operation bezweckt die Sublimation der Gröbe oder des Rohglases in dem erwähnten Weissofen bei höherer Temperatur, wobei sich die arsenige Säure als glasartige Masse in den Hüten absetzt. In flachen oder offenen Gefässen erhitzt, entweicht die arsenige Säure und sublimirt in krystallinischen Nadeln (Arsensublimat), in den gewöhnlich angewandten tiefen Gefässen mit Aufsätzen dagegen, an deren bis zu einem gewissen Grad erwärmten Wänden sich die Dämpfe ohne plötzliche Verdichtung ansetzen können, schmelzen sie zu einem weissen Glase. Bei dieser Einrichtung des Apparates wird der mechanische Druck verstärkt, so dass die arsenige Säure vor der Verflüchtigung stärker erhitzt werden kann. Je grösser dieser Druck ist, durch welchen die Dämpfe der arsenigen Säure zurückgehalten werden, desto mehr und desto

besseres Glas gewinnt man, wenn die Cylinder gleichzeitig nicht zu kalt gehalten werden.

Zuweilen hat das Glas eine dunkle Farbe angenommen, für deren Entstehung man nicht immer eine genügende Erklärung findet. Man glaubt aber wohl irrthümlich, dass durch Eindringen von reducirenden Gasarten in den Raffinirapparat sich arsenige Säure reducire und das entstandene metallische Arsen die genannte Färbung hervorbringe. Durch Umschmelzen wird ein solches Glas krystallhell. Wohl nicht, wie man häufig annimmt, ertheilt ein Schwefelgehalt demselben einen gelblichen Farbenton, sondern nach GEORGI[1]) eine Beimengung von metallischem Arsen oder Erzschlieg, welche, beim Rösten mit übergerissen, bei der Raffination Arsen entlassen. Um eine mechanische Erzverflüchtigung beim Rösten thunlichst zu vermeiden, muss beim Eintragen und Umkrählen des Schlieges der Zug zur Giftkammer geschlossen und ein Nebenzug geöffnet werden. Auch empfiehlt GEORGI, hinter der Muffel zwei Züge anzubringen.

Nach Beendigung der Sublimation und nach dem Erkalten des Apparates werden die Hüte abgenommen und das Glas daraus ausgeschlagen oder ausgebrochen. Gusseiserne Hüte lassen sich wegen ihrer Schwere nur schwierig handhaben, das Glas legt sich ziemlich fest an dieselben an, sowie auch an Eisenblechhüte und erhält an den Berührungsstellen eine schwarze Schwarte. Zink genügt den Anforderungen besser.

Als Producte dieser Operation erhält man:

α) weisses Arsenglas, von dessen Eigenschaften in Bd. I. S. 727. ausführlicher die Rede war. Producte

β) Arsensublimat in den Condensationskammern, welches theils in den Handel, theils in das nächste Glasmachen übergeht.

γ) Kesselrückstand, wird entweder abgesetzt oder in die Röstung gegeben.

§. 173. Beispiele für die Gewinnung von arseniger Säure in Muffelröstöfen.

1) Zu St. Andreasberg[2]) im Oberharz wird seit 1838 Andreasberg

1) B. u. h. Ztg. 1860. S. 351.

2) KERL, Oberharzer Hüttenproz. 1860. S. 536, 701.

silberhaltiges gediegenes Arsen (**Scherbenkobalt**) behuf der Silbergewinnung geröstet und dabei arsenige Säure als Nebenproduct gewonnen. Im Schliegzustande enthält das Röstgut etwa 65% Arsen, 4½% Blei und 1 Mark Silber im Centner, ausserdem Kalkspath etc.

Man setzt Posten von 4—6 Schlieg durch die verschliessbare Oeffnung *a* des Ofengewölbes (Bd. I. S. 535, Taf. 12. Fig. 286—290) auf den aus 2 Barnsteinlagen bestehenden, nach hinten 7" ansteigenden Herd *b* ein, breitet den Schlieg etwa 3" hoch aus und rührt, anfangs nicht zu oft, denselben von Zeit zu Zeit um, bis nach 14—22 Stunden bei gegen das Ende verstärkter Feuerung und einem Aufwand von 43 Cbfss. Buchenholz der Prozess, wenn sich kein Rauch mehr bildet, beendigt ist.

Die erzeugte arsenige Säure tritt durch die mit einem Schieber *l* versehene Oeffnung *i* in der Hinterseite des 2 Fuss hohen Herdraumes in gemauerte Giftfänge *k* und von da in 14 hölzerne Kammern *w* des Giftthurmes, von denen sich dreimal 4 Kammern über einander und 2 unter dem Dache befinden.

Ein Anhalten bei der Feuerung gibt das Aussehen des aus dem Schornstein des Giftthurmes entweichenden Rauches, welcher bei gutem Gange eben nur bemerkbar sein darf.

Nach beendigtem Prozess wird die abgeröstete Post behuf des Erkaltens in den Schlitz *d* gezogen und demnächst durch Verschmelzen mit bleiischen Erzen entsilbert. Das Giftmehl (Analyse, Bd. I. S. 728) wird nach beendigter Jahresarbeit aus den Giftfängen von Arbeitern ausgeräumt, welche mit doppelter und eng anschliessender Kleidung und mit einem feuchten Schwamm vor Nase und Mund versehen sind.

Von 100 Pfund Arsenikschlieg erfolgen bei 3½ stündiger Röstzeit mit 9 Cbfss. Brennmaterial etwa 48% **weisses Giftmehl** und 51½ Pfd. **Rückstände** mit 2—4 Mark Silber im Centner und mit 12—16% Arsenik.

Das Giftmehl wird in dem Weissofen (Bd. I. S. 538, Taf. XII. Fig. 304—307) in 4 gusseisernen Kesseln *a* von 2' 4" Tiefe, 1' 10" Durchmesser und 2" Stärke am Boden und mit aufgeschobenen und festgekittet gusseisernen

Trommeln *e* versehen, sublimirt. Die Kessel bestehen aus 2, durch Schrauben verbundenen und mit Eisenkitt lutirten Theilen, so dass, wenn der untere schadhaft wird, der obere wieder benutzt werden kann. Jeder Kessel wird mit etwa $2^1/_2$ Ctr. Giftmehl gefüllt und durch vorsichtiges Feuern so stark erhitzt, dass eine Sublimation der arsenigen Säure stattfinden kann. Zur Beurtheilung der richtigen Temperatur spritzt man mit einem Besen Wasser gegen die Trommel. Die Temperatur ist die rechte, wenn das Wasser vom zweiten Trommeltheil unter Zischen verdampft, nicht aber vom oberen, sondern von diesem allmälig wegdampft. Bei zu hoher Temperatur bildet sich viel Arsensublimat in den Giftfängen, bei zu niedriger Temperatur erfolgt ein trübes unansehnliches Glas. Wird nach etwa 8 – 10stündiger Feuerung eine durch die Oeffnung im Hute *h* eingebrachte eiserne Nadel nicht mehr weiss beschlagen, so ist der Prozess beendigt und andern Tags werden die Trommeln von der arsenigen Säure entleert, welche sich in 1 – 2″ dicken Rinden an deren Wänden angesetzt hat. Ein Kessel hält etwa 50 Sublimationen aus. Der Kesselrückstand mit 40 – 60% arseniger Säure wird in die Röstung gegeben.

Nach Bodemann enthält der Kesselrückstand:

63—67% Antimon und Arsen,
15—18% Sauerstoff, an Arsen und Antimon gebunden,
12—16% Kieselerde, Thonerde, Kalkerde und Eisenoxyd und
Spur—$^1/_4$ Loth Silber im Centner.

Das Arsensublimat kommt theils in den Handel, theils zur Raffination und das Rohglas wird in Quantitäten von $3^1/_2$ Ctr. nochmals sublimirt. Das dabei erfolgende **raffinirte Arsenikglas**[1]) ist Handelswaare. 100 Ctr. Giftmehl geben 89 Ctr. Arsenikglas, 7 Ctr. Kesselrückstand und 4 Ctr. Sublimat und Verlust. Auf 100 Ctr. Arsenikglas gehen 30 Mltr. à 80 Cbfss. Buchen-Scheitholz.

Das Arsenikglas wird in hölzernen Fässern mit festgenagelten hölzernen und am Ende mit eisernen Reifen ver-

---

[illegible] über den Antimonoxydgehalt der Andreasberger [illegible] Ann. d. Chem. u. Pharm. Bd. 41. S. 347.

packt; jede Fuge, sowohl innerlich als äusserlich, ist zuvor mit baumwollenem Zeuge sorgfältig verklebt. Mit ganz besonderer Sorgfalt wird das Giftmehl verpackt.

Man producirt jährlich höchstens 400 Ctr. Arsenikglas.

[Reic]henstein. 2) Zu Reichenstein[1]) in Schlesien wird seit 1700 Arsenikalkiesschlieg in Posten von 8—10 Ctr. in 2—4" hoher Lage in einem Muffelofen abgeröstet, welcher einen gemauerten muffelförmigen Raum hat, dessen Wände der besseren Haltbarkeit wegen mit den Ofenwänden verbunden sind, wie bei dem ganz ähnlichen sächsischen Ofen (Taf. V. Fig. 111, 115). Der muffelartige Raum hat 11' Länge, 7' Breite und 2' 4" Höhe und wird mittelst Steinkohlen erhitzt. Man gibt anfangs ein starkes Feuer, um den Schlieg in Rothgluth zu versetzen, dann ermässigt man die Hitze und steigert sie gegen das Ende wieder unter öfterer Erneuerung der Oberfläche des Röstgutes. Nach 12 Stunden ist die Operation beendigt, wenn der Schlieg nicht mehr flammt. Auf einen Ctr. Schlieg gehen 0,07 Ctr. Steinkohlen. Die Reichensteiner Erze geben 16—61%, durchschnittlich 24% Erzschlieg, welcher 52—70, durchschnittlich 63% arsenige Säure liefert. Von einem Posten von 8 Ctr. erhält man durchschnittlich 60% arsenige Säure, wovon 20% als gutes Mehl verkäuflich sind. Die Rückstände mit 3—5% Arsen und $^1/_{18}$ Loth Gold im Centner werden nach PLATTNER's Methode (S. 371) entgoldet.

Das Giftmehl aus den letzten Condensationskammern (20%) ist sehr rein und gleich Handelswaare; das aus den früheren Kammern wird in gusseisernen Kesseln von 17¾" Tiefe und 19" Durchmesser in Chargen von 4½ Ctr. bei aufgesetztem gusseisernen Hute zweimal umsublimirt. Eine Raffinage dauert 10—12 Stunden. 100 Ctr. Giftmehl geben 94,5 Ctr. rohes Glas und 92,0 Ctr. raffinirtes Arsenglas bei einem Aufwand von 27 Tonnen Steinkohlen. Die Kessel halten 16—20 Tage.

1) KARST., Met. IV, 588. — VILLE in Ann. d. min. 4 sér. 1 livr. de 1847. p. 77. SCHUBARTH, techn. Chem. 1851. II. 411. DUMAS angew. Chem. I, 450; IV. 110. — PLATTNER's Röstprozesse 1856. S. 32. — Production: B. u. h. Ztg. 1861. S. 351. — Handschriftliche Mittheilungen des Hüttenmeisters GEORGI.

Altenberg.

3) Zu **Altenberg**[1]) in Sachsen kommen Arsenkiese zur Verwendung, von denen bei der Aufbereitung das Stufferz 95, das Pocherz 33 und das Grubenklein 20 % Schlieg liefert. Das Rösten von 7½ Ctr. Schlieg geschieht in Muffelöfen (Taf. V. Fig. 114, 115) von der Reichensteiner Construction. *a* Muffel, 10′ lang und 6′ breit. *b* Arbeitsöffnung. *c* Feuerzüge. *d* Chargiröffnung. *e* Rauchabzüge. *f* Canäle für die Ableitung der arsenigen Säure, welche aus *f* in 2 Canäle *g* tritt, die sich in *k* vereinigen. Von da gehen die Dämpfe durch ein Gewölbe in einen Canal und aus diesem in die Kammern des Giftthurmes. Bei 12stündiger Röstung braucht man 1 Hectoliter Steinkohlen und erhält an roher arseniger Säure etwa 45 % von Stuffschliegen, 40 % vom Pochschlieg und 33 % vom Grubenklein. Das alle 3—6 Wochen aus den Kammern ausgeräumte Giftmehl wird in eisernen Kesseln von 2′ 5″ Höhe und 1′ 10″ Weite bei Einsätzen von 3½ Ctr. während 12 Stunden sublimirt. Man erhält dann aus 4 Kesseln von 15 Ctr. Giftmehl 12½ Ctr. Arsenikglas bei einem Aufwand von 4 Hectoliter Steinkohlen. Das unreine Glas wird nochmals raffinirt.

§. 174. **Beispiele für die Gewinnung von arseniger Säure in Flammöfen mit directer Feuerung.**

Anwendbarkeit.

Derartige hinsichtlich des Brennstoffaufwandes sehr vortheilhafte Oefen kommen seltener für eigentliche Arsenikerze (**Ribas**), als da in Anwendung, wo man beim Rösten von anderen Erzen, z. B. von Kobalterzen (**Schneeberg**), Silbererzen (**Freiberg**), Zinnerzen (**Sachsen**, II. 755, **Cornwall**, II. 756, etc.) arsenige Säure als Nebenproduct gewinnt.

Beispiele. Ribas.

Ein Ofen für Arsenkiese hat zu **Ribas** in Spanien nachstehende Einrichtung (Taf. V. Fig. 116): *a* Herd, auf gemauerten Zungen ruhend, zwischen denen die Flamme auf und gegen den Herd schlägt. Bei Feuerung mit Steinkohlen schliesst man den Fuchs *c* durch den Schieber *d* und leitet die Flamme durch den Fuchs *e* in die Esse *f*; bei Feuerung mit Holz schliesst man den Fuchs *e* durch den Schieber *g* und lässt die Flamme durch *c* über den

1) DUMAS, angew. Chem. IV, 106. — LAMPADIUS, Hüttenkunde, II. Thl. 3. Bd. S. 228.

Herdraum *h* in die Esse *i* streichen, welchen Weg auch die Dämpfe der arsenigen Säure nehmen. *k* Rost. *l* Rauchfang zur Ableitung hervortretender Arsendämpfe. *m* Gezähwalzen. Da sich in Folge der mitabziehenden Feuergase die Temperatur in den Condensationsräumen höher hält, als bei Muffelöfen, so erfolgt in ersteren Oefen ein weniger feines, schwereres Mehl.

Vortheile dieser Oefen.

§. 175. Beispiele für die Gewinnung von arseniger Säure in Gasröstflammöfen. Die Gasflammöfen haben vor den Muffelöfen den Vorzug eines geringeren Brennstoffconsums; eine Verunreinigung der arsenigen Säure ist dabei nicht zu fürchten.

Freiberg.

1) Auf den Freiberger Hütten[1]) wird der 30—80% arsenige Säure enthaltende Flugstaub aus den Condensationscanälen der Röstöfen in Koksgasröstöfen von ähnlicher Einrichtung, wie die Bleierzgasröstöfen (II. 194) mit 400' langem Condensationscanal verarbeitet. Posten von 6 Ctr. Flugstaub werden durch eine Oeffnung im Gewölbe auf den Herd gebracht, von Zeit zu Zeit umgeschaufelt, weil er sehr leicht frittet, nach 3—4 Stunden, wenn der vor der Feuerbrücke gelegene Theil absublimirt ist, der davon herrührende Rückstand zur Seite geschoben, auf die frei gewordene Stelle der Rest der Post von der Fuchsseite weg gebracht, der dadurch entstandene Platz durch eine frische Post besetzt, diese nach 3—4 Stunden vorgerückt u. s. f. Man verarbeitet in 24 Stunden 42 Ctr. Flugstaub mit 9 Ctr. Koks, räumt je nach der Reichhaltigkeit des Flugstaubes die Rückstände alle 24 Stunden ein- oder zweimal aus und erhält 65—70% Giftmehl. Dieses ist Handelsartikel, während die an Silber und Blei angereicherten Rückstände entweder zu den Bleierzschichten kommen oder für sich mit Bleischlacken und 50% zugebranntem Rohstein verschmolzen werden.

Man erhitzt auch Gemenge von Arsen- und Schwefelkies in Retorten in Galeerenöfen, um Schwefelarsen zu sublimiren, röstet den Rückstand in Flammöfen zur Gewinnung von schwefliger Säure und arsenhaltigem Flugstaub und setzt das Röstgut beim Rohsteinschmelzen zu.

1) Plattner-Richter's Vorlesungen. II, 309. — B. u. h. Ztg. 1864. S. 256.

2) Zu Ribas[1]) in der spanischen Provinz Catalonien werden für Arsenkiese behuf der Brennmaterialersparung gewöhnliche Röstöfen mit directer Holz- und Steinkohlenfeuerung (S. 521) und auch Koksgasöfen angewandt, in denen die Flamme mit dem Röstgut in Berührung kommt. Ribas.

Der Gasofen (Bd. I. Taf. 13. S. 333) hat eine ähnliche Einrichtung wie die in Freiberg angewandten Oefen. *a* Gasgenerator. *b* Rost. *c* Aschenfall. *d* Canäle zum Eintritt kalter Luft, welche im erhitzten Zustande bei *e* über die Feuerbrücke *f* tritt und die Gase verbrennt. *g* Spähelöcher. *h* Verschliessbare Oeffnung zum Eintragen des Brennmaterials. *i* Esse, während des Chargirens geöffnet, sonst durch einen Schieber *k* geschlossen. *l* Canal zur Ableitung der arsenigen Säure und der verbrannten Gase, während des Chargirens geschlossen. *m* Oeffnung zum Chargiren. *n* Arbeitsthür.

Bei vergleichenden Versuchen hat sich ergeben, dass man in 24 Stunden in einem sächsischen Muffelofen (S. 521) 20 Ctr. Erz mit 6 Scheffel Steinkohlen à 10 Ngr, im Röstofen mit Holzfeuerung (S. 521) 24 Ctr. Erz mit $^3/_4$ Klafter Holz à $6^3/_4$ Thlr. und im Gasröstofen 60 Ctr. Erz mit 4 Ctr. Koks, à 18 Ngr., abrösten konnte, so dass die Kosten für Brennmaterial auf 1 Ctr. Erz betragen resp. 3 Ngr., 6 Ngr. 3 Pf. und 12 Pf.

Man röstet im Gasofen Posten von 15 Ctr. Kies in 6 Stunden ab und erhält bis 50% Mehl. Der Condensator besteht aus einem Giftthurme in Combination mit einem horizontalen Canal und mit Wassercondensation.

Beim Gröbmachen beschickt man 3 Kessel von 2' Tiefe und 1' 4'' Durchmesser mit 15 Ctr. Giftmehl und feuert 8 Stunden bei einem Aufwand von 3 Ctr. Holz und 2 Ctr. Steinkohlen. Der Abgang in den Rückständen und durch Verflüchtigungsverluste beträgt etwa $6^1/_2$%.

Bei der Raffination der Gröbe erhält man mittelst dreier Kessel von 12 Ctr. in 7 Stunden bei einem Aufwand von 4 Ctr. Holz und 2 Ctr. Steinkohlen gewöhnlich $11^1/_2$ Ctr.

1) B. u. h. Ztg. 1853. S. 767.

Drittes Kapitel.

Darstellung von farbigen Arsengläsern (Realgar und Rauschgelb).

Arten der Arsengläser.

§. 176. **Allgemeines.** Man findet auf Arsenhütten die Fabrikation der Arsenschwefelungen, der farbigen Arsengläser, häufig mit der Darstellung des metallischen Arsens und der arsenigen Säure verbunden. Diese Schwefelungen sind: das rothe Arsensulphurid (Realgar, Sandarach, Rubinschwefel, Arsenrubin) und das gelbe Arsensulphurid (Rauschgelb, Auripigment, Operment).

Bei der hüttenmännischen Gewinnung dieser Substanzen beabsichtigt man weniger, constante chemische Verbindungen herzustellen, als die Erzeugung von Producten mit bestimmten Farben, von deren Schönheit und Reinheit der Preis abhängt.

Darstellung von Realgar.

Material.

1) Realgar. $\dot{A}s = 70{,}15$ As + 29,85 S. Alle Methoden, Realgar darzustellen, laufen darauf hinaus, metallisches Arsen mit Schwefel in einem passenden Verhältniss zu vereinigen, sei es unmittelbar durch eine gemeinschaftliche gleichzeitige Sublimation geeigneter Erze (Arsenkies und Schwefelkies, wie in Sachsen) oder durch ein Zusammenschmelzen und nachheriges Sublimiren von metallischem Arsen und Schwefel (Andreasberg) oder durch Zusammenschmelzen und Sublimiren von Arsenkies und Schwefel (Reichenstein). Schwefelkies kann nach der stöchiometrischen Rechnung etwa 23 % Schwefel beim Erhitzen unter Luftabschluss abgeben ($7\,\dot{F}e = \dot{F}e + 6\,\dot{F}e + 6\,S$), die Hüttenanlagen liefern meist nur 15—18 %. Arsenkies gibt unter denselben Verhältnissen höchstens 46 % Arsen ab ($\dot{F}e + Fe\,As = 2\,\dot{F}e + As$). Nach dem stöchiometrischen Verhältniss müsste man 130,4 Theile Schwefelkies und 152,1 Theile Arsenkies zusammenbringen, um 100 Theile Realgar zu erzeugen. In der Praxis nimmt man gewöhnlich von beiden gleiche Theile.

Da Arsen und Schwefel für sich allein weniger

ständig sind, als in Verbindungen, so kann die Be-
des Realgars durch unmittelbares Zusammenschmelzen
mit einem grösseren Verlust verbunden sein, als
Sublimation.
enn sich auch durch Vereinigung von arseniger
mit Schwefel ein verkäufliches, schön rothes Pro-
zeugen lassen sollte, so würde dieses wegen eines
s an arseniger Säure zu manchen Zwecken (z. B.
uction des Indigos oder zur Hagelgiesserei) unbrauch-
r doch weniger geeignet sein, als das mittelst me-
n Arsens dargestellte Product. Auch ist die Ge-
g aus arseniger Säure kostspieliger, indem ein grosser
chwefel auf Kosten des Sauerstoffs der arsenigen
sich in schweflige Säure verwandelt und unbenutzt
ı geht.
i Darstellung des Realgars pflegt man, um eine schön
'arbe zu erhalten, weniger vom stöchiometrischen
niss abzugehen, als beim Rauschgelb. Eine vorherige
ıng von Beschickungsproben (S. 508) ist erforderlich,
n zur Fabrikation im Grossen übergeht.
rch Sublimation pflegt man ein schöneres Product
alten, als durch blosses Zusammenschmelzen von
ınd Schwefel. Die Sublimiröfen (Rothöfen) haben
nliche Einrichtung wie die Oefen zur Gewinnung des
steins (Sachsen), nur fehlt die Blechspirale und
limat sammelt sich in Vorlagen an, oder auch hat
fen nach Art der belgischen Zinköfen (Reichen-
oder der Retortenöfen zur Leuchtgasbereitung, wo-
ı aber das Ende der Retorte zusammenzieht, wo
urch eine kleine Oeffnung das Product in ange-
e Metallkästchen gelangt. Vortheilhaft gibt man
ıren ein Ansteigen von Innen nach Aussen (Ribas),
bei die Gluth aus den Röhren weniger in die Vor-
pielt und das gewonnene Product minder verzehrt.
rstellung von metallischem Arsen eignet sich eine
e Röhrenlage weniger, weil dabei die zur Zerlegung
senkieses erforderliche Temperatur nicht hervorge-
werden kann. Eine Oeffnung in den Vorlagen ge-
den entstehenden Wasserdämpfen den Ausgang und

Sublimiröfen.

die Beobachtung des Prozesses, welcher unterbrochen wird, wenn die Kiese in den Krügen nicht mehr brennen und keine Dämpfe entwickeln.

Eigenschaften des Rohglases.

Das erhaltene Glas (Rohglas) ist gewöhnlich streifig und bedarf noch einer Läuterung, um demselben eine homogene Beschaffenheit zu geben und durch einen grösseren oder geringeren Schwefelzusatz die im Handel verlangten Farbentöne hervorzubringen.

Zur Herstellung dunklerer Sorten bedarf man mehr Schwefel als zu den helleren.[1]) Um dunkle Töne lichter zu machen, bedient man sich weniger eines Zusatzes von metallischem Arsen als von arsenreicherem Sulphurid oder von Rohglas. Die Ansichten sind indess darüber verschieden, ob Schwefelzusatz den Farbenton heller oder dunkler macht, was wahrscheinlich seinen Grund darin hat, dass der künstlich dargestellte Realgar keine constante Schwefelungsstufe, sondern nur ein Gemisch verschiedener Verbindungen mit unverbundenem Schwefel ist. Wirkliche constante chemische Verbindungen müssen um so heller im Farbenton sein, je mehr Schwefel sie enthalten.

Läuterung des Rohglases.

Das Umschmelzen geschieht entweder in schräg gestellten Cylindern von Schwarzblech (Taf. V. Fig. 120) oder in gusseisernen Pfannen (Taf. V. Fig. 118, 119), und die dabei vorkommenden Manipulationen bestehen in einem Einschmelzen und Durcheinanderarbeiten des geschmolzenen Glases, Abschäumen, Zusetzen von Schwefel, Arsen oder Rohglas, Probenehmen durch Eintauchen eines kalten Rundeisens in die geschmolzene Masse und Prüfung des Farbentones an der erstarrten Kruste, Dünnflüssigmachen und endlich Ablassen des Products in bedeckbare Formen von Eisenblech.

Eigenschaften des guten Realgars.

Guter Realgar hat eine morgenrothe, ins Hyacinthrothe und Braune übergehende Farbe und pomeranzgelben Strich, ist durchscheinend und leichtflüssiger, als das gelbe Schwefelarsen und verdampft schon unter der Glühhitze (Bd. I. S. 729).

Darstellung von Rauschgelb.

2) Rauschgelb. $\overset{\cdots}{As}$ = 61,04 As + 38,96 S. Dieses Product wird meist durch Zusammenschmelzen von arseniger

1) Lampadius in B. u. h. Ztg. 1853. S. 776.

Säure und Schwefel oder durch Sublimiren eines Gemenges aus diesen Stoffen dargestellt. Statt der arsenigen Säure wendet man auch wohl verwitterte Arsenkiese an, welche diese Substanz enthalten ($2\,\ddot{\bar{A}}s + 9\,S = 2\,\bar{A}s + 3\,\ddot{S}$). Am gebräuchlichsten ist die Methode, pulverisirte arsenige Säure und Schwefel in dem für die Raffination des Arsenmehls angegebenen Apparate (Bd. I. Taf. XII. Fig. 304) zusammenzuschmelzen und dann zu sublimiren. Nachdem man durch vorherige Proben im Kleinen, durch wechselnde Anwendung der Ingredienzen die gewünschte Farbennüance erhalten hat, beschickt man im Grossen, wobei zu berücksichtigen ist, dass die Schönheit der Farbe abnimmt, wenn man ein Zusammenschmelzen nach dem stöchiometrischen Verhältniss (100 arsenige Säure und 73 Schwefel) versucht. Das Product erhält schon eine schöne gelbe Farbe bei einem weit geringeren Schwefelzusatz, bei $^1/_3$—$^1/_5$. Gewöhnlich wendet man auf 100 Theile arsenige Säure 14—17 Theile Schwefel an. LAMPADIUS [1]) erhielt bei Anwendung von 2 bis 20 % Schwefel Nüancen von geringer Abweichung bei dem verschiedensten, durch Bildung von schwefliger Säure veranlassten Gewichtsverluste und kam dadurch auf die Ansicht, dass eine geringe Menge Schwefelarsen, in der arsenigen Säure aufgelöst oder chemisch damit verbunden, dieser die gelbe Färbung ertheile. Versuche, 1—4 % Realgar mit arseniger Säure zu verbinden, bestätigten diese Ansicht, indem sie die schönsten orange- und citrongelben Gläser gaben.

Material.

Bei dem gewöhnlichen Verfahren erhitzt man das Gemenge von arseniger Säure und Schwefel vorsichtig und bei allmälig steigender Temperatur in dem eisernen Kessel so weit (bis zur Rothgluth), dass die Dämpfe an den Hüten zu einer glasartigen Masse zusammenschmelzen. Bei zu schwachem Feuer resultirt viel staubiges Rauschgelb, bei zu hoher Temperatur entweichen viel Dämpfe uncondensirt. Man unterbricht das Feuern, wenn sich an ein in den Hut eingebrachtes blankes Eisen nicht merklich viel Dämpfe anlegen, und nimmt nach dem Erkalten des Apparates das

Sublimirverfahren.

1) B. u. h. Ztg. 1853. S. 778.

Beschaffenheit des Glases. Glas aus dem Hute, welches sich gewöhnlich in 3 Lagen als gutes Gelb, streifiges Gelb und gelbes Pulver abgesetzt hat.

Das gute Gelb (I. 729) ist Handelswaare, hat eine citronen- bis pomeranzengelbe Farbe und ist stets ein Gemenge von arseniger Säure und Schwefelarsen.

Das streifige Gelb enthält durch Umschmelzen ein homogenes Ansehen und das gelbe Pulver wird beim nächsten Sublimiren wieder mit zugesetzt. Der Siedepunct der reinen Äs liegt nach MITSCHERLICH über 700° C. Das Rauschgelb des Handels enthält, zum Unterschiede von dem natürlichen, nach WINKLER und THIEL in den helleren Sorten bis 97, in den dunkleren 1—15% arsenige Säure.

§. 177. Beispiele für die Gewinnung von Realgar.

A) Erhitzen von Schwefel- und Arsenkies.

Sachsen. Auf den sächsischen Arsenhütten[1]) werden gleiche Theile Schwefelkies und Arsenkies, — welche Verhältnisse jedoch nach der Beschaffenheit des Arsenkieses variiren können, — in erbsen- bis bohnengrossen Stücken in Thonröhren *a* (Bd. I. Taf. XII. Fig. 308—310) eingethan, so dass diese zu $^2/_3$ damit angefüllt sind. Die Thonröhren, deren 2 Reihen über einander liegen und deren im Ofen befindlicher Theil mit Lehm überzogen ist, sind mit cylindrischen Vorlagen *b* versehen, welche auf ihrer Oberfläche eine $^1/_8$ Quadratzoll grosse Oeffnung zum Entweichen der Wasserdämpfe etc. haben und mit Lehm an die Retorten lutirt sind. Man steigert die Feuerung mit Torf allmälig bis zum Rothglühen der Röhren, ohne die Vorlagen besonders abzukühlen. Nach 10—12stündiger Feuerung lässt man den Ofen allmälig erkalten, nimmt die Vorlagen ab und schafft das sublimirte Schwefelarsen heraus, um dasselbe behuf der Läuterung in schräg gestellten Cylindern *a* von Schwarzblech (Taf. V. Fig. 120) oder in gusseisernen Pfannen *a* (Taf. V. Fig. 118, 119) umzuschmelzen. *b* Rost. Dieses geschieht rasch bei bis zur Rothgluth steigender Hitze, wobei die Flamme den Rand des Gefässes nicht er-

1) LAMPAD. II. Thl. 3. Bd. S. 237. 1809.

reichen darf, weil sich sonst das Schwefelarsen entzünden könnte. Nach dem Einschmelzen zieht man die Unreinigkeiten ab und nimmt von Zeit zu Zeit mit einem Rundeisen Proben, um die Nüance der Farbe zu beurtheilen. Nach Erforderniss setzt man bei stetem Umrühren mit einem eisernen Stabe Schwefel oder Arsen oder sogenanntes mageres Schwefelarsen mit vorwaltendem Arsengehalte zu. Man zieht den Schwefelzusatz dem Zusatze von magerem Schwefelarsen vor, weshalb man schon beim Sublimiren lieber ein festes dunkleres, noch Schwefel bedürftiges Product zu erzielen sucht, als ein pulveriges leicht zerreibliches hellrothes Sublimat, welches noch Arsen erfordert. Die Sublimation wurde um so besser geleitet, je mehr man von ersterem erhält.

Fliesst das Glas dünn vom Eisenstabe ab und ist es bei gehöriger Farbe nach dem Erkalten dicht, so zieht man die Unreinigkeiten mehrmals ab, lässt die flüssige Masse in Formen von Eisenblech fliessen und sie bei aufgesetztem Deckel erstarren, worauf man die Barren in Stücke zerschlägt und diese in den Handel bringt.

Ribas.

2) Zu Ribas[1]) in der spanischen Provinz Catalonien werden 8 Ctr. Beschickung, halb Arsen- und halb Schwefelkies, in die Thonkrüge *a* des Rothofens (Taf. V. Fig. 117) vertheilt, welche von innen nach aussen ein Ansteigen haben. *b* Vorlagen. *c* Züge. *d* Rost. Bei 6—7 stündiger Feuerung und einem Aufwand von 2 Ctr. Holz und 3 Ctr. Steinkohlen erhält man $1\frac{1}{2}$ Ctr. Glas, welches in Pfannen von 2' 6" unterer Länge, 3' oberer Länge, 1' unterer Breite, 1' 3" oberer Breite und 2' 3" Höhe umgeschmolzen wird. Ein Einsatz von 4 Ctr. rohem Glas ist nach 2 Stunden abgeläutert. Zu den dunkleren Sorten bedarf man 40—50 Pfd., zu den lichteren etwa 30 Pfund Schwefel auf obigen Satz.

Man lässt den Realgar durch einen 1" über dem Boden angebrachten, mit einem Spund verschliessbaren Schlauch in konische Blechgefässe (Läutertöpfe) ab und bedeckt dieselben. Auf 1 Pfanne gehen 100 Stück Torf.

1) B. u. h. Ztg. 1858. S. 774.

B) Erhitzen von Arsenkies und Schwefel.

[Re]ichenstein. Zu Reichenstein werden in dem zur Darstellung von Fliegenstein dienenden Galeerenofen (S. 511) mit 26 Röhren von 5 Ctr. röschem Arsenikkiesschlieg und 78 Pfd. Rohschwefel $1\frac{1}{2}$ Ctr. rohes Glas erhalten, bei dessen Raffination in gusseisernen Pfannen man auf 4 Ctr. noch etwa 60 Pfd. raffinirten Schwefel zusetzt und dann gegen 4 Ctr. 27 Pfd. Realgar gewinnt. Bei der Abröstung der Rückstände (schwarze Schliege) von der Sublimation im Muffelofen erhält man noch 35% arsenige Säure. Ein schwefelärmerer Realgar geht unter dem Namen Rubinglas oder rother Schwefel in den Handel.

C. Erhitzen von arseniger Säure und Schwefel.

[An]dreasberg. Zu Andreasberg[1]) angestellte Versuche, aus der dort gewonnenen arsenigen Säure (S. 517) und aus Schwefel Realgar darzustellen, fielen nicht befriedigend aus, indem derselbe weder der Farbe, noch der Zusammensetzung nach dem Realgar des Handels entsprach. Durch Zusammenschmelzen desselben mit metallischem Arsen wurde die Farbe schöner.

D. Erhitzen von metallischem Arsen und Schwefel.

[An]dreasberg. 1) Mehrere zu Andreasberg angestellte Versuche, Realgar aus dem daselbst einbrechenden gediegenen Arsen (S. 518) durch Zusammenschmelzen mit Schwefel zu erzeugen, gaben stets ein mehr oder weniger schönes Product und lehrten, dass man zur Erzeugung eines guten Glases

a) das Arsen fein pulvern muss, damit dasselbe sich schnell mit dem Schwefel, der in gröberer Form angewandt werden darf, verbinde;

b) den ungeschmolzenen Realgar in kalten Formen schnell abkühlen muss, damit er nicht streifig werde, und

c) den Realgar, namentlich im gepulverten Zustande, gegen das Licht schützen muss, welches seiner Farbe einen Stich ins Violette ertheilt.

Wegen des meist nicht unbedeutenden Silbergehalts des Andreasberger Scherbenkobalts, welcher ersterer zu

1) Kerl, Oberharz. Hüttenpr. 1861. S. 707.

etwa $^2/_3$ mit sublimirt und verloren geht, konnte jedoch diese Methode keine vortheilhafte Anwendung finden. Da nun erfahrungmässig beim Rösten des Scherbenkobalts beinahe alles Silber im Rückstande bleibt und daraus gewonnen werden kann (S. 60, 518), so versuchte man, die durch Rösten gebildete arsenige Säure mittelst Kohle zu reduciren und aus dem dabei resultirenden metallischen Arsen durch Vereinigen mit Schwefel Realgar darzustellen. Dies gelang zwar völlig, allein bei den billigen Preisen der Arsenikalien rentirte dieser Fabrikationszweig nicht.

2) Zu Reichenstein schmolz GEORGI best raffinirten Schwefel in einer flachen eisernen Schale bei einer 120° C. nicht übersteigenden Temperatur, setzte unter stetem Umrühren metallisches Arsen zu, bedeckte die Schale, steigerte die Temperatur allmälig bis zum gleichförmigen Zusammenschmelzen der Masse und erhielt bei sehr reinem Schwefel ein gutes Product, welches aber nicht sublimirt werden durfte, weil sich sonst nach einander verschiedene Sublimate bildeten, zuerst Schwefel und gelbes Schwefelarsen, dann schwefelreiches Arsen von prächtig rubinrother Farbe und zuletzt eine fast schwarze arsenreiche Verbindung.

Reichenst

3) Zu Hohenstein in Sachsen soll rother Arsenik durch Zusammenschmelzen von Arsen und Schwefel mit Vortheil dargestellt werden.

Hohenste

§. 178. Beispiele für die Darstellung von Rauschgelb.

Zu Reichenstein erhitzt man arsenige Säure mit 5% gepulvertem Schwefel in den Raffinirkesseln für weisses Arsenikglas (S. 520) vorsichtig bei allmälig steigender Temperatur bis zur Rothgluth. Die sich erhebenden Rauschgelbdämpfe lässt man sich bei richtiger Temperatur in den Trommeln zu einem Glase verdichten. Steigt dieselbe zu hoch, so entweichen viel Dämpfe uncondensirt, ist sie zu niedrig, so erscheint das Product pulverig. Zeigt ein in den Hut eingebrachter Eisenstab keinen Beschlag mehr, so unterbricht man den Prozess, trennt nach dem Erkalten das Glas aus der Trommel los, sublimirt dasselbe nochmals, sucht dann die guten Stücke aus und gibt die schlechten zur nächsten Beschickung.

Reichenst

VII. Schwefel.

Schwefelerze. §. 179. Schwefelerze. Als Materialien zur Gewinnung des Schwefels dienen:

Schwefelerden. 1) Gediegener Schwefel, entweder in vulkanischen Gegenden hauptsächlich durch Zusammenwirken von schwefliger Säure oder atmosphärischer Luft und Schwefelwasserstoff oder durch Condensation von Schwefeldämpfen entstanden (Solfatara am Vesuv, bei Puzzuoli im Neapolitanischen, auf den liparischen Inseln, am Aetna in Sicilien, Island, Teneriffa, Purace in Südamerika) oder aus der Zersetzung schwefelsaurer Salze, namentlich Gyps, durch faulende organische Stoffe hervorgegangen. Die bedeutendsten Schwefelablagerungen finden sich am häufigsten und reichlichsten in Kalksteinlagern von grosser Ausdehnung als unregelmässiger Gemengtheil und sind dieselben in einer früheren geologischen Periode mit den übrigen salinischen Bildungen gleichzeitig im Molasse- oder, was noch nicht ganz entschieden ist, im Kreidegebirge abgelagert (Sicilien, Romagna, Radoboi in Croatien, Oberschlesien, Polen etc.). Wahrscheinlich hat die Bildung dieses Schwefels durch Condensation aus Schwefelungen ausgetriebener Schwefeldämpfe beim Empordringen in einem noch nassen Schlamm stattgefunden.

Im Gemenge mit verschiedenen Gebirgsarten (Kalk, Thonmergel, Gyps) werden derartige Erze Schwefelerden genannt.

Schwefelmetalle. 2) Höhere Schwefelungsstufen mancher Me-

talle namentlich Schwelkies, Fe S^2 mit 53,33 S und Kupferkies Ġu F̈e mit 34,89 S, welche beim Erhitzen unter Luftabschluss einen Theil Schwefel abgeben.

Kunstproducte. 3) Kunstproducte, z. B. die Rückstände von der Sodabereitung, welche Calciumoxysulphuret enthalten, aus welchen indirect Schwefel gewonnen werden kann.

§. 180. Probiren der Schwefelerze. Die Proben können bezwecken:

Proben auf den Schwefelgehalt. A. Die Ermittlung der ausbringbaren Schwefelmenge.

Nach ANTHON[1]) werden 2 Gramm grobgepulvertes Erz in einer 10—16 Zoll langen und 4 Lin. weiten einseitig geschlossenen Glasröhre erhitzt, nachdem zur Vermeidung der Luftcirculation im Innern in das offene Ende in etwa 3 Z. Entfernung von dem Erz eine ebenfalls an dem einen Ende zugeschmolzene engere Röhre eingebracht ist. Das Röhrenstück, in welchem sich der Schwefel condensirt hat, wird abgeschnitten, gewogen, der Schwefel verflüchtigt und das Röhrenstück abermals gewogen, wo man dann aus der Differenz den Schwefelgehalt findet.

Probe auf Schwefelkiesgehalt. B. Die Prüfung auf den Procentgehalt an wirklichem Schwefelkies. Man wendet nach ANTHON[2]) eine etwa 6 Z. lange und 3½—4 Lin. weite Glasröhre an, deren unterster Theilstrich dadurch erhalten ist, dass man ½ Loth sehr fein gepulverten reinen Schwefelkies mit 4,9—5 spec. Gew. hineinbringt, stark schüttelt, bis er sich nicht mehr setzt, und dann an seiner Oberfläche den Theilstrich anbringt. Dann schüttet man den Inhalt aus, thut ½ Loth ebenso feines Quarzpulver in die Röhre, rüttelt und bezeichnet den Stand abermals mit einem Feilstrich. Den Zwischenraum zwischen beiden Strichen theilt man in 50 Theile, von denen dann jeder 2 % Schwefelkies in einer untersuchten Probe entspricht.

Schwefelgehalt in Kiesen. C. Die Ermittlung der in einem Schwefelmetall enthaltenen ganzen Schwefelmenge. Derartige

1) DINGL. polyt. Journ. Bd. 161. S. 115.
2) DINGL. Bd. 161. S. 115.

Bestimmungen können, z. B. wenn Kiese zur Schwefelsäurebereitung benutzt werden sollen, auf massanalytischem Wege hinreichend genau ausgeführt werden.

Verfahren RICQLÈS.

1) RICQLÈS Verfahren.[1] 1 Gramm Kies wird mit 4 Grm. chlorsaurem Kali gemengt und tropfenweise Salpetersäure zugesetzt, bis Lösung erfolgt ist. Man filtrirt, verdünnt die Flüssigkeit auf etwa 20 C. C. und fällt die Schwefelsäure mit einer titrirten Chlorbariumlösung aus, welche erfolgt, wenn man 38,15 Grm. Chlorbarium in 1 Liter = 1000 C. C. Wasser löst. Jedes C. C. Normallösung entspricht dann, da 38,15 Grm. Chlorbarium 5 Grm. Schwefel ausfällen, $^5/_{1000} = ^1/_2$ % Schwefel. Eine derartige Probe ist bereits Bd. II. S. 168; Bd. IV. S. 66 erwähnt.

PELOUZE's Methode.

2) PELOUZE's Verfahren[2]. 1 Gramm sehr fein geriebener Kies wird mit 5 Gramm reinem trocknen kohlensauren Natron, 7 Grm. chlorsaurem Kali und 5 Grm. geglühtem Chlornatrium in einem Löffel allmälig erhitzt und noch 8—10 Min. der Rothgluth ausgesetzt. Die gebildete Schwefelsäure sättigt einen Theil des kohlensauren Natrons, ein anderer bleibt unzersetzt. Man laugt die Masse aus, bestimmt aus der Lösung auf massanalytischem Wege den nicht gesättigten Theil kohlensaures Natron durch Normalschwefelsäure und findet durch Rechnung den Gehalt an Schwefelsäure und Schwefel. Bei gerösteten Kiesen behandelt man 5 Gramm mit 5 Gramm kohlensaurem Natron und eben so viel chlorsaurem Kali. Diese Probe erfordert zu ihrer Ausführung nur 30—40 Min. Zeit und das Reactionsende ist deutlicher, als bei der vorigen.

ANTHON's Methode.

3) ANTHON's Probe[3]) 1—2 Grm. feingepulverten Kies schmilzt man mit 4—5 Thln. Kalisalpeter und 1½ Thl. calcinirter Soda bei dunkler Rothglühhitze in einem Glaskolben oder Porzellantiegel, erhält die Masse noch 15—20 Min. im Glühen, extrahirt schwefelsaures und etwa vorhandenes arsensaures Alkali, bestimmt in der mit Salzsäure angesäuerten Lösung durch titrirte Chlorbariumlösung die

1) B. u. h. Ztg. 1862. S. 117.
2) Polyt. Centr. 1862. Nr. 1.
3) DINGL. Bd. 161. S. 115.

Schwefelsäure und leitet ins saure Filtrat vom schwefelsauren Baryt Schwefelwasserstoffgas. Das ausgefällte Schwefelarsen wird in einer verstöpselten Flasche 10—20 Stunden stehen gelassen, filtrirt, gewaschen, getrocknet und aus dessen Gewicht der Arsengehalt annähernd gefunden, indem 100 Thle. des Niederschlages 48,3 Thle. Arsen enthalten. Der Rückstand vom Schmelzen wird mit Salzsäure gekocht, filtrirt, aus dem Filtrat durch Ammoniak Eisenoxydhydrat niedergeschlagen und daraus der Eisengehalt bestimmt. In dem blauen Filtrat lässt sich durch eine colorimetrische Probe (II. 326) das Kupfer ermitteln.

Theorie

§. 181. Schwefelgewinnungsmethoden. Dieselben beruhen darauf, dass man den Schwefel je nach der Reichhaltigkeit der Erze entweder ausschmilzt (Aussaigern von reichen Schwefelerden) oder dieselben so weit erhitzt, dass der Schwefel sich dampfförmig erhebt, worauf man ihn zu einer Flüssigkeit verdichtet. (Destillationsprozess für ärmere Schwefelerden und Kiese.) Der durch Aussaigern erhaltene Schwefel enthält mehr mechanische Beimengungen, als der destillirte. Der Schwefel wird bei 112° dünnflüssig und erstarrt bei 108—109°; bei 140° C. ist er zähflüssig und färbt sich dunkler, bei 220° bildet er eine kaum noch fliessende teigartige Masse, welche bis 340° immer mehr an Beweglichkeit abnimmt, worauf dann, nachdem er bei 420—440° fast schwarz geworden, die Verflüchtigung beginnt.

Destillationsmethode

Die auf den einzelnen Werken ausgeführten Destillationsmethoden weichen in der Verschiedenheit der Destillirapparate ab, indem man das Erhitzen entweder in ganz geschlossenen Gefässen (Röhren von Eisen oder Thon) vornimmt und zu deren Erhitzung besonderes Brennmaterial gebraucht, oder durch Verbrennenlassen eines Theils Schwefels in offenen (Haufen) oder halboffenen Räumen (Schachtöfen) die zur Destillation erforderliche Temperatur unterhält. Die Auswahl des einen oder anderen Verfahrens richtet sich hauptsächlich nach den Preisen des Brennmaterials und Schwefels, sowie nach den Arbeitslöhnen.

Da zur Erzielung der letzten gewinnbaren Schwefelmengen aus Kiesen eine höhere Temperatur erforderlich ist, als zu Anfang des Prozesses, so begnügt man sich stets zur

Ersparung von Brennmaterial mit einem minderen Ausbringen, zumal bei höherer Temperatur die Destillirröhren stärker angegriffen werden. Schwefelkies kann bei seinem Uebergange in Magnetkies durch Erhitzen ($7\dot{\bar{F}}e = 6\,S + \dot{F}e^6\,\ddot{F}e$) an 23% Schwefel abgeben, die Hüttenanlagen liefern aber meist nur 15—18%. Kupferkies, $\dot{C}u\,\dddot{F}e$, gibt höchstens 9% Schwefel ab und geht in $\dot{C}u\,Fe^2$ über.

felraffion. Der bei der Saigerung oder Destillation erhaltene Schwefel (Rohschwefel) enthält theils mechanische Einmengungen vom Erz, theils kann derselbe in chemischer Verbindung Arsen und Selen enthalten. Schwefel der Solfataren bei Neapel enthielt z. B. nach PHIPSON[1]) 87.6 S, 11.162 As und 0.264 Se. Durch einen Raffinationsprozess (Schwefelläutern), welcher weniger wirksam in einem Umschmelzen, als in einer Destillation behuf Erzielung von flüssigem Schwefel zum Einfüllen in Formen (Stangenschwefel), oder in einer Sublimation zur Erzielung von festem Schwefel (Schwefelblumen) besteht, lassen sich im Wesentlichen nur die mechanischen Beimengungen entfernen, während ein Arsen- und Selengehalt im raffinirten Schwefel (I. 719) verbleibt. Der Schwefel aus Kiesen pflegt unreiner zu sein, als solcher aus Schwefelerden. Die Rückstände von der Schwefelgewinnung (Schwefelbrände) werden bei Schwefelerden abgesetzt, bei Schwefelkiesen auf Eisenvitriol und Alaun benutzt und bei einem Gehalt an sonst nutzbaren Metallen (Kupfer, Silber, Blei) auf diese zugutegemacht (Unterharz).

fel aus ckständen. Abweichend von den angegebenen Methoden findet eine Schwefelgewinnung aus den Schwefelnatrium enthaltenden Sodarückständen auf indirectem Wege statt, indem nach den Methoden von GOSSAGE[2]), FAVRE[3]) und NOBLE[4]) aus den Rückständen mittelst der bei der Sodafabrikation als Nebenproduct erzeugten Salzsäure Schwefelwasserstoff ent-

1) ERDM. J. f. pr. Chem. Bd. 88. S. 497.
2) MUSPRATT-STOHMANN's techn. Chem. 1860. III. 1547.
3) DINGL. Bd. 139. S. 424.
4) Polyt. Centr. 1862. S. 1031.

wickelt und dieser durch schweflige Säure zersetzt wird, wobei sich neben Schwefel Pentathionsäure erzeugt ($5\ddot{S} + 5\dot{H} = 5S + S^5O^5 + 5\dot{H}$), wodurch ein grosser Theil des Schwefels verloren geht. Man erhielt durch diese Reaction auch nur wenig Schwefel in BELL's Fabrik von Bleichlorid zu Washington, als man den beim Behandeln von Bleiglanz mit Salzsäure erhaltenen Schwefelwasserstoff mit schwefliger Säure zusammenbrachte.[1]) SPENCER[2]) lässt das aus den Sodarückständen und dem Kalke aus Leuchtgasreinigern entwickelte Schwefelwasserstoffgas auf Eisenoxyduloxyd wirken und sich Schwefeleisen bilden, welches der Destillation oder einer Röstung unterworfen wird. Ein wirklich practisches Verfahren zur Zersetzung solcher Rückstände soll neuerdings von SCHAFFNER ausgeführt werden.

Schwefelabscheidung der Jodgewinnung

Auch bei der Jodgewinnung in Schottland[3]) scheidet sich aus den Mutterlaugen in Folge Zersetzung von Polysulphureten und Hyposulphiten schaumförmiger Schwefel in grösserer Menge ab.

Classification der Schwefelgewinnungsmethoden

Die Schwefelgewinnungsmethoden lassen sich unter folgende Abtheilungen bringen:

I. Schwefelgewinnung aus Schwefelerden.
   A. Schmelzen sehr reicher Erden in Kesseln.
   B. Saigerung in kleinen Schachtöfen nach alter sicilischer Methode. Sicilien, Milos, Spanien.
   C. Saigerung in Meilern nach neuerer sicilischer Methode. Sicilien.
   D. Destillation in Schwefeltreiböfen. Radoboi, Swoszowice.

II. Schwefelgewinnung aus Schwefelkies oder kiesigen Erzen.
   A. Destillation in Galeerenöfen. Altsattel, Rosenau.
   B. Röstung in Schachtöfen. Johann-Georgenstadt, Breitenbrunn, Simbirsk.

---

1) Mitthl. d. Hannov. Gew. Ver. 1864. Hft. 5. S. 248.
2) Polyt. C[illegible]
3) Wag[illegible]

C. Rösten in Stadeln. **Böhmen, Sachsen, Salzburg, Steyermark, Agordo.**

D. Rösten in freien Haufen. **Unterharz, Agordo.**

III. Raffination des Rohschwefels.

A. Umschmelzen. **Unterharz.**

B. Destilliren oder Sublimiren. **Marseille, Merxem, Namur.**

ERSTER ABSCHNITT.

Darstellung von Schwefel aus Schwefelerden.

§. 182. Allgemeines. Je nach der Reichhaltigkeit der Erze und dem Preise des Brennmaterials und Schwefels kommen folgende Gewinnungsmethoden in Anwendung:

Gewinnungsmethoden.

1) Einschmelzen sehr reicher Erze in gusseisernen Kesseln.

2) Aussaigern des Schwefels in mehr oder weniger dem Luftzutritt ausgesetzten Apparaten (Schachtöfen bei der älteren und Meiler bei der neueren sicilianischen Methode), wobei ein Theil des Schwefels durch Verbrennung die zum Aussaigern erforderliche Temperatur gibt. Zur Vermeidung der hierbei stattfindenden Schwefelverluste und der schädlichen Einwirkung der schwefligen Säure auf die Nachbarschaft hat seit 1860, jedoch noch ohne bestimmten Erfolg, der englische Ingenieur HILL versucht, das Erz in einem hohen geschlossenen cylindrischen Ofen mit Hülfe von hindurchstreichender sauerstofffreier Feuerluft zu schmelzen, welche durch Verbrennen von Kohle erhalten wird. In den sicilischen Oefen (calcarelle) findet in Folge zu rascher Verbrennung ein grösserer Verlust an schwefliger Säure (20 % und mehr Schwefel) statt, als in Meilern (calcaroni), letztere können nahe an Wohnhäuser und bebaute Grundstücke gelegt werden, während die älteren Oefen mehrere tausend Fuss davon stehen mussten und nur zu bestimmten Jahreszeiten in Betrieb gesetzt wurden, und die Gesundheit der Arbeiter leidet bei Meilern weit weniger.

3) Destillation in Gefässöfen (Galeerenöfen), wobei seltener Thonkrüge unter einem Gewölbe zur Seite einer Feuerung stehen (Sicilien), als Röhren mehr oder weniger horizontal an 2 Seiten eines gewölbten Ofens sich über einer Rostfeuerung befinden (Schwefeltreiböfen in Krakau). Zuweilen findet eine Sublimation des Schwefels aus gusseisernen Kesseln statt (Croatien, Sicilien).

Im Vergleich zu Destillirgefäss-, Galeeren- oder Schwefeltreiböfen zeichnen sich die Meiler durch ihre Einfachheit und Wohlfeilheit bei grosser Productionsfähigkeit aus, die Anlagekosten sind weit geringer und trotz minderen Schwefelausbringens ist wegen Ersparung des Brennholzes der Prozess in Meilern billiger, als in Schwefeltreiböfen, wenn die Preise des Brennmaterials nicht sehr niedrig stehen. Trotzdem ein Theil Schwefel verbrennt, so sind doch die Productionskosten beim Destillirverfahren mit Anwendung von Brennmaterial meist höher, als beim blossen Ausschmelzen des Schwefels, indem man beim sicilianischen Verfahren die latente Verdampfungswärme, welche bei einer Destillation aus dem Apparat mit fortgeführt wird, erspart, ausserdem die durch Verbrennen von Schwefel erzeugte Wärme bei der unmittelbaren Berührung desselben mit dem Erze vollständiger an dieses abgegeben wird.

Die Schwefeltreiböfen enthalten in einem gewölbten Raume mehrere Reihen von gusseisernen oder thönernen Röhren über einer Feuerung, welche an ihrer hintern Seite mit Erz besetzt werden und an ihrer vordern flüssigen Schwefel entlassen. Es hat meist entweder jede Röhre eine kleine kastenförmige Vorlage mit Wasser zur Aufnahme des Schwefels (Taf. V. Fig. 129), oder jede Röhrenreihe mündet in eine gemeinschaftliche cylindrische Vorlage (Taf. V. Fig. 125, 126), die mit einem grösseren Kasten zur Aufnahme der in ersterer nicht condensirten Schwefeldämpfe dient. Gusseiserne Röhren sind dauerhafter, als thönerne und bedürfen zur Erhitzung weniger Brennmaterial; es hängt die Auswahl des einen oder anderen Materials von dem Preise des Brennstoffs und des Roheisens ab. Mit der Grösse der Gefässe steigt der Brennstoffaufwand und nimmt die erforderliche Arbeit ab. Die Röhren müssen sich leicht

füllen und leeren lassen, möglichst gleichförmige Hitze erhalten und eine vollständige Abkühlung der Schwefeldämpfe zulassen. Dieselben dürfen nicht zu voll gefüllt werden, weil sie sonst beim Ausdehnen des Erzes in der Hitze springen können; nasses Erz veranlasst eine Vergasung des Schwefels und zerstört leicht die glühenden Röhren. Wie stark und wie lange man erhitzen soll, muss die Erfahrung an die Hand geben, um mit der geringsten Brennstoffmenge das vortheilhafteste Ausbringen zu haben.

Kessel-schmelzen.

§. 183. Einschmelzen von Schwefelerden in Kesseln. Man schmilzt die reichsten pulverigen sicilianischen Schwefelerden in gusseisernen Kesseln *a* (Taf. V. Fig. 121) ein, setzt allmälig so viel Material unter Umrühren zu, dass die Kessel voll werden, und fischt das gehaltlose Gestein möglichst heraus. Damit eine gehörige Abscheidung der erdigen Stoffe am Boden und oberflächlich stattfinden kann, muss man die Temperatur wenige Grad über den Schmelzpunkt des Schwefels halten, wobei er am dünnflüssigsten ist (S. 535) und nicht brennt. Nach einiger Ruhe nimmt man den Schaum von der geschmolzenen Oberfläche weg, füllt den geklärten Schwefel vom Bodensatz ab in eiserne Kästen über und gibt ihn in Stücke zerschlagen als Rohschwefel in den Handel. Nach mehreren Schmelzungen entleert man den Kessel vom Bodensatz. Bei Kesseln bis zu 2 Cbmet. Inhalt dauert eine Schmelzung 6—8, die Klärung 12 und das Ausschöpfen 2 Stunden, wobei 10% vom Erz Holz gebraucht werden. Das ausgeschöpfte Gestein enthält noch etwa 30, der Bodensatz über 40% Schwefel. Beide werden meist nicht weiter benutzt. Arme Erze würden bei den reichen Abfällen zu kostspielig zu verarbeiten sein.

Schachtofen-saigerung in Sicilien.

§. 184. Saigerung von Schwefelerden in Schachtöfen. (Aeltere sicilische Methode.) Mittelreiche und ärmere Schwefelerden wurden früher in Sicilien in 6—7 F. weiten cylindrischen Oefen von 4—5 F. Höhe mit geneigtem Boden und einem nach aussen mündenden Canal ausgesaigert. Man legte die grössten Schwefelsteine auf einen kleinen erhöhten Rand innen um den Ofen herum, dann wurde aus kleineren Stücken ein Gewölbe formirt, an dessen Spitze eine kleine Oeffnung blieb, und auf dieses die kleinsten

Steine aufgesetzt, welche zuletzt eine Decke von Erzstaub, zu einer Pyramide geformt, erhielten. Um die Grundfläche dieser Pyramide legte man zur Verminderung des Zuges und der Schwefelverbrennung eine 7—8 Z. breite Rasendecke, deckte die Pyramide mit Stroh, steckte dieses an und liess so die Hitze von aussen nach innen dringen. Nach etwa 8 Stunden hatte sich der Schwefel flüssig am Boden angesammelt und wurde durch den beregten Canal in nassgemachte hölzerne Stangenformen oder in mit Wasser gefüllte Gefässe abgelassen, nachdem der Stich geöffnet worden. Man unterscheidet von den in Sicilien bergmännisch gewonnenen Schwefelerzen folgende Sorten: sehr reiche mit 25, reiche mit 20, gute mit 15, mittlere mit 8 und arme mit 3—6 % Schwefel, welche letztere aber die Abbaukosten nicht decken.

Einen solchen nach unten etwas zusammengezogenen Ofen zeigt Fig. 122. auf Taf. V. *a* Canal zum Anzünden der Erze und zum Ausräumen der Rückstände. *b* Stichcanal für den ausgesaigerten Schwefel. *c.* Luftzuführungscanäle.

Milos.

Auf der Insel Milos[1]) in Kleinasien werden Erze mit 30 % Schwefel in 5 Meter weiten und 1,8 Met. hohen Oefen in Quantitäten von 2000 Ctr. abgesaigert, wobei nur 150—200 Ctr. reiner Schwefel erfolgen.

Spanien.

In Spanien[2]) kommt der alte sicilianische Schmelzprozess gegen die Destillation in eisernen Röhren um 30 % billiger, und man hat geringere Anlagekosten, indem ein sicilianischer Ofen mit 10 Tonnen Production pro Monat 16 Pfd. Sterl. und ein Retortenofen mit monatlich 15 Tonnen Production 600 Pfd. Sterl. kostet. Man erzeugt keine Schwefelblumen, sondern gibt den gemahlenen und gesiebten Schwefel in den Handel, was um 25 % billiger ist.

Meilersaigerung.

§. 185. Saigern der Schwefelerden in Meilern (neueres sicilisches Verfahren).

Dieses Verfahren[3]) hat vor der älteren Ofensaigerung die

1) B. u. h. Ztg. 1863. S. 74.
2) B. u. h. Ztg. 1863. S. 334.
3) Oestr. Ztschr. 1856. S. 70; 1861. S. 394. — Bolley, chem. Technolog., 2. Bd. I. Gruppe. S. 12.

S. 538 bezeichneten Vortheile. Zur Herstellung des Meilers gräbt man in der Hüttensohle eine Vertiefung mit geneigter Bodenfläche aus, welche mit einer Lage Mörtel *a* (Taf. V. Fig. 123) von Gyps und Sand überkleidet wird. Die Tiefe der Ausgrabung richtet sich nach dem Schwefelgehalt und dem Cohäsionszustand des Minerals. An der Arbeitsseite ist die Vertiefung mit einer Mauer *b*, darin die Stichöffnung *c* mit Thon geschlossen. Treppen *d* führen zu der Brust des Meilers, welche von beiden Seiten durch Böschungen versichert und mit einem leichten Bretterdach *e* versehen ist. Behuf Errichtung des Meilers stellt man 2 oder 3 Eisenstangen *f* an die Brustmauer *b*, errichtet davor eine Wand aus grösseren Erzstücken und füllt die Vertiefung hinter der Mauer bei *g* mit Erzstücken aus, während davor eine Nische *h* offen bleibt. Ueber dieser Erzsohle errichtet man 6—9 Schächtchen *i* aus gröberen Erzstücken und füllt mit dem Aufrücken derselben die Zwischenräume *k* in der Weise aus, dass die gröberen Stücke in die Mitte, die kleineren mehr an die Peripherie kommen, auch lässt man möglichst viel Zwischenräume zwischen den Stücken. Der Meiler wird sodann mit Lehm oder, wenn es vorhanden, mit Erzklein und dann mit zerkleinten Rückständen von der vorigen Charge bedeckt, damit nur ein geringer Luftzutritt zum brennenden Meiler stattfinden kann. Je nach der zu erzielenden Production fasst ein Haufen 100—1000 Cubikmeter Erz, ist über der Mauer *b* 2—4 Met. hoch, brennt bei normalen Verhältnissen und bei 800 Cbmet. Erzinhalt etwa 2 Monat und liefert an 15% Schwefel.

Das Anzünden desselben geschieht mittelst in geschmolzenen Schwefel getauchter und angezündeter Grasbündel, welche in die Schächtchen *i* geworfen und diese dann nach etwa 12 Stunden mit Steinplatten *m* bedeckt werden, worauf der Meiler noch eine Kappe *n* von zerkleinten feuchten Rückständen erhält und die Stichöffnung *c* geschlossen wird. Nach etwa 25 Tagen beginnt das Ablassen des Schwefels. Während des Betriebes verschliesst man alle entstehende Ritzen sorgfältig, lässt den Schwefel von Zeit zu Zeit durch *c* in einen gemauerten Behälter ab, nachdem die Stichöffnung nöthigenfalls mit einer glühenden Eisenstange geöffnet

worden, löscht in der Nische etwa entzündeten Schwefel durch Einspritzen von Wasser durch *c* ab etc. Der Schwefel wird dann in hölzerne benetzte Formen zu etwa 56 Kil. schweren Blöcken (ballate) gegossen.

Sobald kein Schwefel mehr ausschmilzt, wird der Meiler, nachdem er sich gekühlt hat, abgetragen. Die Productionskosten pro 100 Kil. Schwefel betragen bei 10$^0/_0$ Ausbringen $4^3/_4$ Frs. (38 Sgr.), bei 15$^0/_0$ Ausbringen 3,16 Frs. ($25^7/_{25}$ Sgr.); den Transport nach Palermo mitgerechnet, stellen sich die summarischen Kosten auf resp. 7,14 und 5,56 Fr. Italien liefert jährlich an 300000 Tonnen Schwefel.

Anwendb keit dies Verfahren

§. 186. Schwefelgewinnung aus Schwefelerden durch Destillation oder Sublimation in Gefässöfen. Dieses Verfahren empfiehlt sich wegen seines grösseren Schwefelausbringens bei billigem Brennmaterial und nicht zu hohen Arbeitslöhnen namentlich für ärmere Erze und ist bei verschiedener Apparatconstruction in Sicilien, zu Radoboi[1]) in Croatien, zu Swoszowice[2]) bei Krakau etc. in Anwendung.

Beispiel Swoszow (Destillati

Der gewöhnliche Schwefeltreibofen (Taf. V. Fig. 124—126) hat an letzterem Orte 27 gusseiserne Röhren *a* von 3 Fss. 10 Z. Länge und 18 Zoll Weite, deren jede Reihe in eine cylindrische Vorlage *b* mündet, aus welcher die nicht condensirten Schwefeldämpfe durch eine Röhre *c* in einen Condensator *d* treten. Jede Röhre hat an der Vorderseite 4 Ausflussöffnungen für den Schwefel, von denen 3 während der Operation immer geschlossen sind, die unterste aber offen ist; beim Wenden der Röhre wird dann jedesmal die zu unterst kommende Oeffnung aufgemacht *e* Essen. *f* Rost. *g* Rohr zum Abführen der Dämpfe aus *d*. Man treibt in einem Ofen in 12 Stunden 29 Röhren, deren jede 125—130 Wien. Pfd. Schwefelerze enthält, ab, indem in dieser Zeit die untere Röhrenreihe 4 mal und die obere 2 mal abgetrieben wird, so dass auf die obere Reihe 6, die mittlere 4 und die untere 3 Stunden Destillirzeit kommen.

1) B. u. h. Ztg. 1859. S. 238. WAGNER, Hand- und Lehrbuch der Technol. II, 210. WAGNER's Jahresber. 1862. S. 199.
2) B. u. h. Ztg. 1861. S. 1, 15. — WAGNER's Jahresber. 1862. S. 199.

Man erhält in 12 Stunden 14—15 Ctr. Rohschwefel, bei nicht trockner Witterung $1\frac{1}{2}$ bis 2 Ctr. mehr mit 16—$17\frac{1}{2}$ Ctr. Steinkohlen. Der Ctr. Schwefelmergel, welcher 11—14% Schwefel gibt, kostet 7—$7\frac{1}{2}$ Sgr. zu gewinnen; die Darstellungskosten eines Centners Rohschwefel betragen 2 Thlr. $26\frac{2}{3}$ Sgr.

Sicilien. (Destillation.) In Sicilien werden nur noch auf einigen Werken zur Zugutemachung des vulkanischen schwefelhaltigen Bodens mit 8—10 Proc. Schwefel innerhalb eines langgezogenen gewölbten Raumes den Wänden entlang 10—12 Thonkrüge *a* (Taf. V. Fig. 127) von 20 Liter Fassungsraum mit Erz eingesetzt und zwischen beiden Reihen eine Feuerung unterhalten. Die mit einem Deckel versehene Mündung der Gefässe ragt über das Gewölbe hinaus und die Schwefeldämpfe gelangen durch eine Thonröhre *b* in einen ausserhalb des Gewölbes stehenden Krug *c*, worin sie sich verdichten, so dass flüssiger Schwefel am Boden derselben bei *d* abgelassen werden kann.

Statt dieses Apparates wendet man auf mehreren sicilianischen Werken gusseiserne Kessel von 0,8 M. Höhe und eben so viel Durchmesser an, welche mit Erz gefüllt, mit einem eisernen lutirten Deckel versehen und über einer Rostfeuerung erhitzt werden. Durch ein Rohr unterhalb des Deckels leitet man die Schwefeldämpfe in ein bedecktes abgestumpft konisches Thon- oder Gusseisengefäss, aus welchem unten der Schwefel durch einen Hahn entweder in ein Reservoir oder gleich in die Formen abgelassen wird. Zur Ersparung von Zeit und Brennmaterial wärmt man das Erz in einer gemauerten Kammer vor, welche von der abziehenden Feuerluft umspielt wird.

Radoboi. Zu Radoboi in Croatien gewinnt man aus in Thon liegenden gelbbraunen Schwefelnieren mit 95—98 Proc. Schwefel und einem Gewicht von einem Loth bis zu mehreren Pfunden Schwefelblumen in einem Apparat von nachstehender Einrichtung (Taf. V. Fig. 128): *a* gusseiserner Kessel zur Aufnahme von 120 Pfd. Schwefelerde. *b* gusseiserne Trommel mit der Eintrageöffnung *c*. *d* Blechrohr. *e* Condensator aus Blech oder Holz mit Scheidewänden *f*, worin sich sehr feine und vollständig säurefreie Schwefelblumen absetzen, während sie in

der mit der Luft durch Klappen in Verbindung stehenden Vorlage *g*, sowie in der letzten Kammerabtheilung *h* schweflige Säure und Schwefelsäure enthalten. Bei einem Aufwand von 1/10 Klftr. Holz erfolgen in 12 Stunden 110 Pfd. Schwefelblumen. Der Kessel hält an 3 Jahre.

ZWEITER ABSCHNITT.

Darstellung von Schwefel aus Schwefelkies oder kiesigen Erzen.

Verschied. Gewinnungsmethod.

§. 187. Allgemeines. Wo die Gewinnung des Schwefels aus Schwefelkiesen die Hauptsache ist, geschieht das Erhitzen der Erze meist in geschlossenen Räumen (Schwefeltreiböfen), um, allerdings mit höheren Kosten für Arbeitslöhne und Brennstoff, das grösste Ausbringen zu haben. Wo letztere theuer sind, wendet man wohl für Schwefelkiese Schachtöfen an und gibt einen Theil des Schwefels zur Unterhaltung der Destillationstemperatur durch Verbrennung bei Luftzutritt preis. Als Nebenproduct gewinnt man zuweilen den Schwefel aus Schwefel- oder Kupferkies enthaltenden Kupfer- und Bleierzen, welche zu ihrer Verschmelzung einer vorherigen Röstung bedürfen, beim Rösten derselben in Stadeln und freien Haufen, wobei aber, wenn die Röstung gehörig ausfallen soll. der grösste Theil Schwefel als schweflige Säure weggeht. Man hat deshalb neuerdings zur besseren Nutzbarmachung des Schwefels Röstprozesse der letzteren Art aufgegeben und durch solche in Schachtöfen (Kilns I. 410) ersetzt, um möglichst allen Schwefel als schweflige Säure zur Darstellung von Schwefelsäure zu gewinnen (Unterharz).

§. 188. Gewinnung von Schwefel aus Schwefelkiesen in geschlossenen Räumen (Schwefeltreiböfen).

Anwendbarkeit.

Derartige Anlagen bringen nur Gewinn, wenn Brennmaterial, Arbeitslöhne und Schwefelkies billig und in hinreichender Menge vorhanden sind, auch ein guter Thon

oder nicht zu theures Roheisen zu den Röhren zu Gebote stehen.

Nach gehörigem Abwärmen des Ofens werden die konischen thönernen oder gusseisernen Röhren *a* (Taf. V. Fig. 129), die wohl einen platten Boden haben, an der Hinterseite mit gröblich zerkleintem Kies gefüllt, die Chargieröffnung mit einem eisernen oder thönernen Deckel *b* luftdicht verschlossen und bei *c* gefeuert, wonach Schwefel sublimirt, dieser nach und nach flüssig wird und aus dem vorderen Ende der geneigten Röhren meist in 4eckige gusseiserne oder hölzerne, theilweise mit Wasser gefüllte Kästen *d* von 6—8 Zoll Weite und Höhe tröpfelt, wenn nicht jede Röhrenreihe einen gemeinschaftlichen Recipienten hat (S. 543). Die Kästen sind während der Operation mit bleiernen oder gusseisernen Deckeln versehen, in welchen sich eine etwa 1 Z. weite Oeffnung zum Entweichen der Dämpfe befindet, die je nach Umständen mit einem hölzernen Pflock verschlossen werden kann.

Das Ausbringen an Schwefel (S. 536) hängt meist von einer geschickten Feuerung ab, welche möglichst gleichmässig und namentlich zu Anfang nicht zu hoch sein darf, damit der Kies nicht sintert oder schmilzt, nicht zu viel Schwefeldämpfe durch den Kastendeckel entweichen und die Röhren nicht zu sehr leiden oder gar verloren gehn. Gegen das Ende der Operation werden die Erze schwerschmelziger und bedürfen einer höheren Temperatur.

Nach beendigter Operation, wenn kein Schwefel mehr ins Wasser tröpfelt, werden die Schwefelbrände mit eisernen Krücken ausgeräumt, mit wenig Wasser abgekühlt und dann den Atmosphärilien ausgesetzt, um durch Verwittern und Auslaugen derselben Eisenvitriol oder auch Alaun zu gewinnen. Man erhält meist nur 15—18 Proc. Schwefel (S. 536), wobei der Rückstand nicht schmilzt. Versucht man durch verstärkte Feuerung mehr zu gewinnen, so sind die Kosten für Röhren und Brennstoff gewöhnlich grösser, als der mehr ausgebrachte Schwefel werth ist.

Beispiele. Als Beispiele für eine derartige Schwefelgewinnung mögen folgende dienen:

Altsattel.

1) Zu Altsattel[1]) in Böhmen haben die Schwefeltreiböfen 32 konische thönerne Röhren in 3 Reihen (10. 11. 11) von 32 Z. Länge, 1 1/4 Z. Wandstärke, 6 Z. Weite am hintern und 1 1/2 Z. am vorderen Ende, welches, 6 Zoll aus dem Ofen hervorragend, mit einer thönernen Knieröhre, die bis 2 Z. über den Wasserspiegel eines 6 Z. hoch mit Wasser angegefüllten, 1 F. langen, 1 F. breiten, 1 F. tiefen und mit einem Eisendeckel versehenen eisernen Kastens reicht. Der Deckel hat eine 1 Z. weite Oeffnung, während die Chargiröffnung mit einem Eisenblech verschlossen ist. Sobald aus der Oeffnung im Deckel kein Schwefeldampf mehr entweicht, so ist die Operation beendigt. In 24 Stunden besetzt man die Röhren, jede mit etwa 10 Pfd., viermal, die oberste Reihe nur 3 mal und man erhält in dieser Zeit von 12 Ctr. Kies 180 Pfd. Rohschwefel (15 %) mit 40 Cbfss. Braunkohlen. Der Rohschwefel wird in gusseisernen, etwa 2 F. hohen Retorten von 1 F. Dchm., deren 8 in einem Ofen (auf jeder Seite 4) stehen und mit einer gusseisernen, ebenso grossen Vorlage versehen sind, durch Destillation raffinirt, wobei der Schwefel durch eine Oeffnung im Vorlagenboden in einen irdenen Topf fliesst, der mit Wasser gefüllt ist, wenn man Tropfschwefel erhalten will; andernfalls wird der flüssige Schwefel aus dem Topf in Stangenformen gegossen. 5 Ctr. Rohschwefel in 8 Retorten geben 460 Pfd. (92 %) geläuterten Schwefel, so dass aus 1 Ctr. Schwefelkies 138 Pfd. reiner Schwefel erfolgen. Die Rückstände werden auf Eisenvitriol benutzt.

Rosenau.

2) Zu Rosenau in Schlesien hat der Schwefeltreibofen 2 Reihen Röhren, oben 6, unten 9, aus mit 1/3 Quarzsand versetztem Bunzlauer Thon gefertigt, 5 F. lang und am engern Ende in gusseiserne Kästen mündend, welche mittelst kurzer Röhrenstücke derart in Communication gesetzt sind, dass kaltes Wasser in den ersten einströmt und in erwärmtem Zustande aus dem letzten Kasten ausfliesst. Jede Röhre fasst 30 Pfd. Schwefelkies in 3 Z. hoher Lage und liefert nach 3stündiger Feuerung 16 % Rohschwefel. Man gewinnt in 24 St. aus 20 Ctr. Kies in 15 Röhren 3 Ctr.

Rohschwefel bei einem Aufwand von 10 Scheffel Steinkohlen. Der Rohschwefel wird in eisernen Kolben von 3 F. Höhe und 2 F. Weite im Bauch destillirt, wobei der in den beiden ersten thönernen Vorlagen sich ansammelnde flüssige Schwefel durch ein Loch im Boden in Näpfe abgelassen werden kann, während in den folgenden Vorlagen Schwefelblumen erfolgen. 18 Ctr. Rohschwefel in 6 Gefässen liefern in 30—36 St. etwa 15 Ctr. geläuterten Schwefel und monatlich $\frac{1}{3}$—$\frac{1}{2}$ Ctr. Schwefelblumen. Die Schwefelbrände benutzt man auf Eisenvitriol und Alaun.

§. 189. **Schwefelgewinnung aus Schwefelkiesen in Schachtöfen.**

Anwendbarkeit. Wenngleich billiger arbeitend, als die Schwefeltreiböfen, kommen die Schachtöfen doch seltener in Anwendung, weil man darin oft nur halb soviel Schwefel als in ersteren ausbringt und die Temperatur weniger in der Gewalt hat, in Folge dessen leicht Sinterung oder Schmelzung eintritt. Die Oefen haben bald die Form einer abgestumpften Pyramide, bald die eines abgestumpften Kegels; letztere Form ist vorzuziehn, weil dabei eine gleichmässigere Röstung stattfindet.

Johann-Georgenstadt. Zu Johann-Georgenstadt hatte ein solcher Ofen 11 F. Höhe, unten 8 F. Breite und 9 F. Länge, oben in eine verschliessbare Oeffnung von 3 F. Q. auslaufend. Eine Oeffnung auf der Sohle diente zum Einbringen einer Lage Brennmaterial und zum Ausziehen der Kiese; in $6\frac{1}{2}$ F. Höhe über dem Boden führten 4 Zuglöcher von 6 Z. Q. die Schwefeldämpfe in eine gemauerte Kammer von 5 Q. F. Grundfläche und 7 F. Höhe, von da gelangte die schweflige Säure durch einen Zug von 2 F. Breite und 18 Z. Höhe in einen 100 F. langen, theils gemauerten, theils mit Brettern umgebenen Raum, in welchem bereits ausgelaugte Kiese zur nochmaligen Vitriolisirung aufgehäuft lagen. Der Inhalt eines Ofen von 300 Ctr. Kies lieferte in 10—12 Tagen 15—17 Ctr. Rohschwefel.

Breitenbrunn. Zu Breitenbrunn im Erzgebirge hatte ein konischer Ofen 12 F. Höhe, 3 F. obern und 12 F. untern Durchmesser, 8 F. über der Sohle einen Canal zur Abführung der Schwefeldämpfe in eine 4 F. lange, 2 F. breite und

10 F. hohe Kammer, während die schweflige Säure wie zu Johann-Georgenstadt benutzt wurde. 300 Ctr. Erz waren in 7—8 Tagen abgeröstet.

Simbirsk

Im Gouvernement Simbirsk[1]) findet auch Schwefelgewinnung in Schachtöfen statt.

Brunfaut Methode

Brunfaut[2]) röstet Kiese in Schachtöfen abwechselnd mit Wasserdampf und Luft, erzeugt dabei resp. Schwefelwasserstoffgas und schweflige Säure und dann durch Zusammenbringen beider Schwefel.

§. 190. Schwefelgewinnung durch Röstung von kiesigen Kupfer- und Bleierzen in Stadeln mit Condensationskammern und in freien Haufen.

Beispiele

Von diesen Röstmethoden war bereits die Rede. Eine Gewinnung von Schwefel bei der Stadelröstung findet z. B. statt in Böhmen (I. 389), Sachsen (I. 389), zu Mühlbach im Salzburgschen (I. 389), zu Oeblarn in Steyermark (I. 389), zu Fahlun in Schweden (II. 429), zu Agordo in den venetianischen Alpen (I. 389, II. 437), früher zu Wicklow[3]) in Irland u. a.; Haufenröstung mit Schwefelgewinnung am Unterharz (I. 375), zu Fahlun und in Agordo (I. 375; II. 437).

DRITTER ABSCHNITT.

Raffination oder Läuterung des Rohschwefels.

Zweck.

§. 191. Allgemeines. Selten wird der Rohschwefel in Stücken oder gemahlen in den Handel gegeben; meist raffinirt man denselben aus angegebenen Gründen (S. 536) weniger wirksam durch ein Umschmelzen, als durch eine Destillation oder Sublimation. Beim Umschmelzen oder bei der Destillation erfolgt flüssiger Schwefel, welchen man entweder in Wasser tropfen lässt (Tropfschwefel) oder in

1) Bgwfd. XX, 348.
2) B. u. h. Ztg. 1861. S. 446.
3) B. u. h. Ztg. 1858. S. 24.

zweitheilige, mit Zwingen zusammengehaltene, in Wasser getauchte Holzformen giesst (Stangenschwefel). Bei der Sublimation erfolgt der Schwefel in Gestalt von Schwefelblumen oder Schwefelblüthe. Je nach der höheren oder niedrigeren Temperatur in den Condensationsräumen entsteht aus den Schwefeldämpfen flüssiger oder pulverförmiger Schwefel. Die Rückstände von der Schwefelläuterung (Grauschwefel, Schwefelschlacke, Läuterschlacke) wird wohl noch zu Kitten oder bei grösserm Arsengehalt zur Darstellung von Rauschgelb (S. 526) benutzt; früher fanden dieselben in der Thierarznei unter dem Namen Rossschwefel Verwendung.

§. 192. Läutern des Rohschwefels durch Umschmelzen.

Unterharz. Am Unterharz[1]) wird der bei der Haufenröstung von Bleierzen (II. 181) und Kupfererzen (II. 460) erhaltene sehr unreine Rohschwefel in Quantitäten von 3,52 Ctr. während $2^1/_2$—3 Stunden in einer 4 F. langen, 2 F. breiten und 1 F. tiefen gusseisernen Pfanne eingeschmolzen, bis zu 200—160° C. abgekühlt, dann abgeschäumt, der geläuterte Schwefel vom Bodensatze ab mittelst kupferner Kellen in einen mit Lehm dünn überzogenen Kupferkessel von 2 F. 7 Z. Dchm. und 1 F. 7 Z. Tiefe übergeschöpft, $^1/_2$—$^3/_4$ Stunden geklärt und bei richtiger Temperatur in hölzerne Stangen- oder Tubbenformen gegossen. Bei zu frühem Ausschöpfen ist der Schwefel noch unrein, bei zu niedriger Temperatur setzt sich zu viel reiner Schwefel im Kessel mit ab. Die Temperatur ist die passende, wenn sich auf der ganzen Oberfläche eine dünne Kruste gebildet hat. Die Rückstände von der Läuterung (Rückstandsschwefel) werden in Quantitäten von 4—5 Ctr. eingeschmolzen, durch grobe Leinwand filtrirt, das erstarrte Filtrat zum Rohschwefel gegeben, das auf dem Filter Gebliebene (Grauschwefel) mit bis 6 % Arsen in den Handel gegeben. Im Jahre 1861 erhielt man von 498 Ctr. Rohschwefel 447 Ctr. guten gelben Schwefel (89,7 %) und 21 Ctr. Grauschwefel bei einem Aufwand von 4 Schock Wellholz und 33 Balgen Steinkohlen.

1) Kerl, Rammelsberger Hüttenprozesse. 1861. S. 147.

Vortheile dieser Methode.

§. 193. Läutern des Schwefels durch Destillation oder Sublimation. Bei dieser Methode bleiben die Unreinigkeiten vollständiger zurück, als bei den vorhergehenden.

Marseiller Verfahren.

Am häufigsten wird der Marseiller Apparat (Taf. V. Fig. 133, 134) angewandt. Man füllt die beiden 1,5 M. langen, 0,5 M. weiten, mit einem Ansatzrohr versehenen gusseisernen Cylinder *a* jeden mit 300 Kil. Rohschwefel, verschliesst die Eintrageöffnung mit einem auflutirten Deckel *c*, beginnt erst unter dem einen Cylinder, und wenn hier die Destillation halb vollendet ist, unter dem andern Cylinder zu feuern. Die von dem Roste *d* abgehende Flamme gelangt in die Züge *h* und bringt in dem 1 Met. tiefen und 1 Met. weiten, mit einem Eisendeckel geschlossenen Kessel *e* allmälig 750 - 800 Kil. Rohschwefel zum Schmelzen, von welchem man, sobald die Destillation des ersten Cylinders vollendet ist, etwa 300 Kil. (150 Liter) mittelst des Rohres *f* bei geöffnetem Hahn *g* in letzteren fliessen lässt. Sobald der Stand in *e* bis zu einem gewissen Niveau gesunken ist, schliesst man den Hahn *g*, nimmt die Röhre *f* weg und verschliesst das dadurch geöffnete Loch in dem Deckel *c* mit einem Thonpfropfen. Die Feuergase treten, nachdem sie den Kessel *e* umspielt, in den Schornstein *i*. Sobald die Schwefeldämpfe aus *b* in die gemauerte, mit Mörtel sorgfältig ausgekleidete Condensationskammer *k* von 8 M. Länge, 4 M. Tiefe und 5 M. Höhe gelangen, verdichten sie sich anfangs zu Pulver; sobald aber in Folge der unausgesetzten Destillationen die Temperatur in der Kammer über 112° C. gestiegen ist, sammelt sich flüssiger Schwefel auf der Sohle der Kammer an, welcher beim Oeffnen des Loches in der Eisenplatte *m* mittelst des Hahnes *n* in den erwärmten Kessel *o* fliesst, von wo aus der Schwefel in hölzerne konische, unten mit einem Holzstöpsel geschlossene Stangenformen gegossen wird, welche in dem Drehkübel *p* stehen. Nach dem Erstarren des Schwefels wird der Holzstöpsel weggenommen und die Schwefelstange herausgestossen. Der Schieber *q* dient zur Regulirung des Zutritts der Schwefeldämpfe, das Sicherheitsventil *v* zum Entweichen der in der Kammer ausgedehnten Luft. Man füllt alle

4 Stunden einen Cylinder, so dass eine Destillation 8 Stunden dauert; in 6 Operationen werden während 24 Stunden 1800 Kil Schwefel destillirt. 100 Kil. Stangenschwefel kommen auf 20 Frs. 45 Cent.

Sollen statt flüssigen Schwefels Schwefelblumen erhalten werden, so braucht man zur Herabziehung der Temperatur nur die Kammer zu vergrössern oder die Anzahl der Destillation in 24 Stunden auf 2, jede zu 150 Kil. Rohschwefel, zu vermindern. Hat sich eine 0,5--0,6 Met. hohe Schicht Schwefelblumen abgesetzt, so werden sie durch die Thür *s* ausgeräumt. Die Schwefelblumen können einen Gehalt an schwefliger Säure und Schwefelsäure besitzen, der durch Waschen mit Wasser sich entfernen lässt. 100 Kil. Schwefelblumen kosten 25 Frs. 10 Cent.

JARDIN's ethode.

Noch besser soll das Brennmaterial ausgenutzt und der Zutritt der Luft vom Destillirgefäss und der Condensationskammer abgehalten werden bei DUJARDIN's Methode [1]) zu Merxem bei Anvers. Der linsenförmige gusseiserne Behälter *a* (Taf. V. Fig. 130—132) wird von der vom Rost *b* kommenden Flamme umspielt und erhitzt dann noch einen Kessel *c*, welcher durch eine Knieröhre *d* mit *a* in Verbindung steht. Die Röhre *d* lässt sich durch einen stehenden Zapfen *e* schliessen. Man schmilzt in *c* 600 Kil. Rohschwefel ein, lässt die flüssige Masse nebst Unreinigkeiten in *a* ab, verschliesst den Kessel mit dem Zapfen *e* und leitet den in *a* verdampfenden Schwefel durch eine seitlich angebrachte ansteigende, mit einem Ventile *f* versehene Röhre *g* in eine Condensationskammer. Ist nach 4 Stunden die Destillation beendigt, so schliesst man das Ventil *f*, räumt die Rückstände durch *h* aus, lässt dieselben durch die Röhre *i* in den Kasten *k* fallen und beginnt eine neue Destillation. In 24 Stunden werden 6 Chargen mit 500 Kil. halbfetter Steinkohle gemacht und man giesst den Schwefel alle 5—6 Tage in Formen. Sollen Schwefelblumen erzeugt werden, so destillirt man täglich nur 400 Kil. Schwefel. Bei geringem Schwefelverlust sind die Rückstände fast schwefelfrei; bei 1,5% Unreinigkeiten im Rohschwefel beträgt z. B. der Schwefelver-

1) B. u. h. Ztg. 1864. S. 204.

lust nur 0,73 %. Statt Condensationskammern wendet man in Namur einen eisernen Cylinder an. Zu Merxem raffinirt man in 8 Oefen jährlich 1,500,000 Kil. Schwefel.

Neuerer Apparat.

Noch einfacher, als der vorstehende, ist ein in deutschen Fabriken angewandter Apparat, welcher im Wesentlichen aus 2 in etwa 2 Met. von einander entfernten gusseisernen Kesseln von 1 M. Durchmesser und gleicher Höhe, sowie einer beide Kessel verbindenden und luftdicht damit verschrobenen Knieröhre besteht. Der eine Kessel steht über einer Rostfeuerung und wird durch einen durch die Knieröhre gehenden Trichter, welcher demnächst in den flüssigen Schwefel eintaucht, geladen, während die Rückstände durch eine am Boden befindliche seitliche, hermetisch verschliessbare Röhre sich nach einer Anzahl Destillationen ausziehen lassen. Die durch die Knieröhre übergetriebenen Schwefeldämpfe condensiren sich in dem zweiten Kessel, aus welchem der flüssige Schwefel durch einen Hahn abgelassen werden kann. Damit der Schwefel flüssig bleibt, ist der zweite Kessel ummauert, desgleichen auch ein Theil der dem Destillationskessel zunächst liegenden Knieröhre, damit sich nicht schon hier Schwefel verdichtet und in den Destillationskessel zurückfliesst.

Nachträge.

Erster Band.

S. 93. **Silberverlust bei blendigen Erzen.** Während auf der einen Seite MALAGUTI und DUROCHER den Silberverlust beim Rösten blendiger Erze bis zu 75 % fanden, erfolgte in Freiberg bei der Destillation von Zink aus silberhaltiger Blende ein fast silberfreies Zink. Beim Verschmelzen der zinkischen Erze in Przibram hat man 8 % Silberverlust und früher brachte man zu Lautenthal auf dem Oberharze wegen eines grössern Zinkblendegehaltes der Bleierze 8 % Silber weniger, als auf den andern Oberharzer Hütten aus (Ann. d. min. 4 livr. de 1864. p. 59).

S. 104. Ueber Erztaxen siehe: Müsener E. in Preuss. Ztschr. 1862. Bd. 10. Hft. 3 S. 178; Spanische E. in Schweizer polytechn. Ztschr. VII 127; Freiberger E. im Freiberger Jahrbuch für 1864.

S. 121. **Kornwagen.** Zum Abwägen der Münzproben bedient man sich wohl Wagen mit Schalen, welche statt an seidenen Schnüren an einem flach geschlagenen Draht aufgehängt sind, damit ein Ansetzen von Staub nicht stattfindet. Eine Vertiefung der Wagschale nimmt das die Probesubstanz enthaltene Schälchen auf. Beim Abwägen grösserer Gegenstände stellt sich aber die Schale leicht schief, weshalb man dann die Schalen besser an Platindrähten aufhängt. (DINGLER, Bd. 174. S. 35).

Ueber Untersuchung und Analysen von Potasche in B. u. Ztg. 1864. S. 50. S. 140.

Schwerspath. Ueber dessen Wirkung behuf Abscheidung des Eisens aus Lechen, Speisen u. drgl. siehe Bd. IV. S. 461. S. 169.

Kochsalz, bei Schmelzprozessen angewandt, greift wegen Bildung von flüchtigem Chloraluminium die Ofenwände stark an. S. 170.

Antimonoxyd ist ein sehr energisches Flussmittel und zerfrisst die feuerbeständigsten Tiegel alsbald. S. 171.

Wasserdampf unter den Rost einer Feuerung geleitet, verstärkt zwar die Flammenbildung, vermindert aber nach NÖGGERATH (B. u. h. Ztg. 1865. S. 147) den Wärmeeffect. S. 174.

Verbrennungsvorrichtungen. TH. WEISS, allgemeine Theorie der Feuerungsanlagen. Leipzig 1862. — Horizontale Roste mit Quereinschnitten in Berggeist 1860. Nr. 101. — VOGL's Schüttelpultrost in Oestr. Ztschr. 1861. Nr. 51. — LANGEN's Etagenrost in Schles. Wochenschrift 1861. Nr. 41; dessen Rostconstruction mit mechanischer Kohlenzuführung in Polyt. Centr. 1864. S. 1466. — Pultfeuerung in Oestr. Ztschr. 1859. Nr. 30. S. 178.

Dörrvorrichtungen. WELKNER's Torfdörrapparat in B. u. h. Ztg. 1862. Nr. 25. — Combin. Rauch- und Strahlungstrocknung für Holz zu Rhonitz in RITTINGER's Erfahrungen. 1861. S. 37. — Holzdarren zu Graffensteden in Polyt. Centr. 1862. S. 1425; desgl. zu Mariazell in RITTINGER's Erfahr. 1863. S. 192.

BERTHIER's Methode zur docimastischen Untersuchung der Brennmaterialen genügt für die Praxis und gibt nicht so einseitige Resultate, wie die Methoden der Wasserverdampfung: B. u. h. Ztg. 1862. S. 148; 1864. S. 392. — Verfahren von STROHMEYER in LIEBIG's Ann. Bd. 117. S. 248. S. 218.

Pyrometer von BUSSIUS in B. u. h. Ztg. 1862. S. 88; von HEEREN in B. u. h. Ztg. 1862. S. 118, von SCHINZ in DINGL. Bd. 163. S. 321. Die auf die Schmelzbarkeit von Metalllegirungen basirten Pyrometer sind von zweifelhaftem Werth, indem die Schmelzpuncte der einfachen Metalle nicht mit Sicherheit bekannt sind und die Schmelzpuncte S. 228.

der Legirungen nicht den berechneten mittleren entsprechen. PLATTNER's Schmelzversuche, worauf man derartige Berechnungen vielfach basirt hat, beruhen auf höchst unsicheren und zum Theil irrthümlichen Voraussetzungen. (Preuss. Ztschr. 1861. IX. Lief. 2. S. XVIII.)

S. 234. Schmelzpuncte der Metalle. Abweichend von den gewöhnlichen Angaben nimmt BECQUERELL (Allgem. B. u. h. Ztg. 1863. S. 252) folgende Schmelzpuncte an: Gusseisen 1200, Schmiedeeisen 1600, Gold 1097, Kobalt 1400, Kupfer 1090, Silber 960, Nickel 1600, Palladium 1600, Platin 1600 (nach DEBRAY 2000° C.). Siehe Bd. III. S. 293. BECQUERELL's Angaben sind wahrscheinlich unrichtig, weil derselbe sich eines Luftpyrometers aus Platin bediente welches nach neueren Versuchen für die Luft durchdringlich ist (ERDM. J. f. pr. Ch. Bd. 91. S. 72).

S. 258. Torf. PETZOLDT, Naturgeschichte der Torfmoore in ERDM. J. f. pr. Chem. Bd. 83. S. 471. SENFFT, über Humus-, Marsch-, Torf- und Limonitbildung. Leipzig 1862; Torfgewinnung in Salzburg und Baiern im Leoben. Jahrb. pro 1861 Bd. XI. — Torfpräparation nach VERSMANN in B. u. h. Ztg. 1863. S. 139; nach WELKNER in B. u. h. Ztg. 1862. S. 225; in Baiern B. u. h. Ztg. 1862. S. 28; in England B. u. h. Ztg. 1862. S. 315. — Analysen von Torfaschen in B. u. h. Ztg. 1861. S. 347; 1862. S. 28; ERDM. J. f. pr. Chem. Bd. 86. S. 471 — Rationelle Torfverwerthung von Dr. ERNST SCHENK zu Schweinsberg. Braunschweig 1862.

S. 275. Braunkohlen. — Analyse einer Braunkohlenasche in POGG. Ann. Bd. 84. S. 67. — Presssteine aus Braunkohlen in Berggeist 1861. Nr. 64. B. u. h. Ztg. 1861. S. 406, 408. Br. für Schmiedefeuer in B. u. h. Ztg. 1861. S. 335. Br. von Salzhausen in B. u. h. Ztg. 1861. S. 235. — C. F. ZINKEN, die Braunkohle und ihre Verwerthung. Hannover 1865.

S. 281. Steinkohlen. — Sind die engl. Steinkohlen besser, als die schlesischen? Von GRUNDMANN. Breslau 1864. — Oberschlesische St. nach GRUNDMANN in Preuss. Ztschr. IX. S. 360. X, 333. — HEUSLER, böhm. und zwickauer St. in Preuss. Ztschr. 1862. X. 301. — Briquettefabrikation: B. u. h. Ztg. 1861. S. 171, 249, 363, 448; 1863. S. 95; Preuss. Ztschr. VIII. Lief. 3; Ann. d. min. 1864. livr. 4. — Messen oder

Wägen von St.: Schles. Wochenschr. 1859 Nr. 22; B. u. h. Ztg. 1860. S. 38. 1863. S. 114. — Heizeffecte: B. u. h. Ztg. 1860. S. 76; 1864. S. 268, 335. — Verwitterung der St.: Preuss. Ztschr. 1862. X, 326; B. u. h. Ztg. 1863 S. 272. – Zusammensetzung der Steinkohlenaschen: B. u. h. Ztg. 1860. S. 425; 1861. S. 347, 356, auch Bd. I. S. 831. — BARRÉ, über Koksbereitung: B. u. h. Ztg. 1864. S. 48; 1865. S. 103. — Wasserdampf beim Verkoken: B. u. h. Ztg. 1861. Nr. 40; Reinigung des Koks durch Salzsäure: B. u. h. Ztg. 1863. S. 303. — Anthracitkoks: Berggeist 1857. S. 100.

Gichtgase. v. MAYRHOFER über Auffangung, Temperatur etc. der Gichtgase: Oestr. Ztschr. 1862. Nr. 11. — MOLDENHAUER, Gichtg. aus span. Bleiöfen: Schweiz. polyt. Ztschr. VII, 122. **S. 304.**

Generatorgase. Erzeugung, Ansaugen, Waschen und Auspressen der G.: Oestr. Ztschr. 1861. S. 38. — Gasgeneratoren mit Abführung der Gase nach unten: Oestr. Ing. Ver. 3. Apr. 1861; Oestr. Ztschr. 1856. Nr. 34; B. u. h. Ztg. 1862. S. 440. — SIEMENS' Regeneratorprincip zur Erhitzung der Gase und des Windes: DINGL. Bd. 166. S. 270; B. u. h. Ztg. 1863. S. 268; 1865. S. 67, 187. Mitthl. d. Hannov. Gew. Ver. 1863. Hft. 1. — Gasfeuerung am Kongsberger Spleissofen: B. u. h. Ztg. 1862. S. 436. **S. 324.**

Feuerfeste Materialien. Ansprüche an feuerfeste Mater.: B. u. h. Ztg. 1861. S. 389, 438; 1864. S. 212. — Zubereitung des Thons und Brennöfen: B. u. h. Ztg. 1861. S. 335. — Kohlenschiefer zu Barnsteinen: B. u. h. Ztg. 1861. S. 92. — Englische Quarzziegel (Dinas) in B. u. h. Ztg. 1862. S. 116. Thone aus verschiedenen Formationen: B. u. h. Ztg. 1862. S. 327. — Analyse von feuerfesten Thonen: DINGL. Bd. 169. S. 465. Prüfung feuerfester Thone nach BISCHOF in DINGL. Bd. 159. S. 54; Bd. 161. S. 208, 291; Bd. 164. S. 116; nach LÖWE: B. u. h. Ztg. 1862. S. 18; nach OTTO: B. u. h. Ztg. 1862. S. 240, 263. — Belgischer Thon: B. u. h. Ztg. 1862. S. 262. — Grossalmeröder Thon: B. u. h. Ztg. 1861. S. 285; DINGL. Bd. 164. S. 116. — Kipfendorfer Thon: B. u. h. Ztg. 1861. S. 390. **S. 355.**

Oefen. — SCHINZ, Nutzeffect und Construction der Oefen, Wärmeleitungsfähigkeit des Ofenbaumaterials etc. in **S. 370.**

DINGL. Bd. 159. S. 200, 282. — HAVREZ, fours et fourneaux comparés au point de vue de l'économie de combustible, de la main d'oeuvre, des frais d'installation et d'entretien: Revue univers. 3 livr. 1862. S. 383, zum Theil übersetzt in der Allgem. B. u. h. Ztg. 1863. S. 41.

S. 384. Wellnersche Röststadeln. Dieselben sind in Freiberg jetzt mit Condensationsvorrichtungen versehen, wobei man arsenikalischen Staub auffängt, die schweflige Säure aus der Umgebung entfernt, den Zug reguliren und Rohstein bis auf 6% Schwefel abrösten kann. (Ann. d. min. 4 livr. de 1864. p. 25. B. u. h. Ztg. 1865.)

S. 397. Zugschachtöfen. Spanische Zugschachtöfen zum Verschmelzen von Bleierzen: B. u. h. Ztg. 1862. S. 63.

S. 411. Englische Kiesbrenner von neuerer Construction: B. u. h. Ztg. 1864. S. 188. — Belgische Kiesbrenner: B. u. h. Ztg. 1861. S. 267.

S. 418, 510. VOGL, Wärmeverluste in Schacht- und Flammöfen und Verminderung derselben durch passend construirte Flammöfen. B. u. h. Ztg. 1865. S. 45, 74.

S. 457. Nasenschmelzen. Während man ein Nasenschmelzen bei vertikalen Ofensäulen für nothwendig und vortheilhaft hält, damit namentlich die Ofenwände nicht zu rasch zerstört werden, so sucht LEO TURNER die Nutzlosigkeit der Nase beim Rohschmelzen zu Lend nachzuweisen (Oestr. Ztschr. 1862. S. 314). Bei den Kongsberger Schmelzprozessen findet bei durch Wind gekühlten Formen eine Nasenbildung ebenfalls nicht statt (B. u. h. Ztg. 1862. S. 436).

S. 472. Flammöfen. Zur Regulirung des Zuges in Fl. hat LIST einen Zugmesser construirt (DINGL. Bd. 171. S. 43). — Ueber den Effect der Feuerbrücken: B. u. h. Ztg. 1865. S. 44. — VOGL's Flammofen mit continuirlichem Betriebe, B. u. h. Ztg. 1865. S. 45, 74. STETEFELDT, über GERSTENHOEFER's continuirlichen Röstofen: B. u. h. Ztg. 1865. S. 117

S. 494. Essen. Wirkung der Essen bei Unterwind: Berggeist 1861. Nr. 69. — Umgekehrt konische Essen: DINGL. Bd. 161. S. 431; Schles Wochenschr. 1861. Nr. 32; B. u. h. Ztg. 1862. S 256, 344. — SCHWAMKRUG, Einfluss der Winde auf den Zug der Essen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 219.

Rauchcondensation. — Bleirauchcondensatoren auf spanischen Hütten: MOLDENHAUER in Schweiz. polyt. Ztschr. VII. S. 127; B. u. h. Ztg. 1863. S. 89. — Freiberger Rauchcondensation: B. u. h. Ztg. 1864. S. 256. — FALLIZE, Bleirauchcondensation: B. u. h. Ztg. 1862. S. 382; 1863. S. 129. Schädlicher Einfluss des Rauches aus Blei- und Zinkhütten: B. u. h. Ztg. 1863. S. 380. — S 541.

Cylindergebläse. — Gebläse mit liegendem Cylinder: B. u. h. Ztg. 1864. S. 68; Leoben. Jahrb. 1861. X, 451. — FOSSEY's Gebläse: B. u. h. Ztg. 1861. S. 364. — Wackler zu Atvidaberg: B. u. h. Ztg. 1859. S. 69. LEYSSER's und STIEHLER's Gebläse: Polyt. Centr. 1863. S. 705. — Einrichtung und Wirkung verschiedener Ventile: Polyt. Centr. 1863. S. 705. — Neues Gebläse zu Rhonitz: Bericht über d. 2. Versamml. d. Berg- und Hüttenm. in Wien 1862. S. 22, 78; RITTING. Erfahr. 186 . S. 314. — Direct wirkendes Gebl. zu Reschitza in RITTING. Erfahr. 1861. — DIETZ' Cylindergebläse: Polyt. Centr. 1861. S. 1386. — SCHMIDT's Schiebergebläse zum Bessemern: Leoben. Jahrb. 1863. XII, 147. S. 586.

ALTHANS' Wasserstopfengebläse: B. u. h. Ztg. 1862. S. 272. S. 620.

Cagniardellen: B. u. h. Ztg. 1864. S 25. — Radgebläse von RACHET: DINGL. Bd. 164. S. 72. S. 621.

Ventilatoren. Nutzeffect verschiedener Ventil.: Polyt. Centr. 1862. S. 1548. — BOURDON's Vent. mit beweglichem Gehäuse: Civilingen. 1863. IX, 33. — LLOYD's Vent.: Civilingen. IX, 31. S. 623.

Windregulatoren. Gemauerter cylindrischer Regulator zu Rhonitz: RITTING. Erfahr. 1861. S. 9. — Wasserregulator der Neumansfelder Gesellschaft zu Neukrug am Harze. S. 629.

Winderhitzungsapparate. Dimensionen: v. MAYRHOFER in Leoben. Jahrb. 1861. X, 419. — Verschiedene Constructionen: B. u. h. Ztg. 1861. S. 341, 447; 1862. S. 49, 239. Polyt Centr. 1861. S. 1414. — SIEMENS' Regeneratorapparat: B. u. h. Ztg. 1862. S. 227; 1862. S. 19, 240; Mittheil. d. Hannov. Gew. Ver. 1863. Nr. 1. S. 634.

Windleitungsröhren. Zu Przibram hat man ge- S. 653.

mauerte Windleitungscanäle und zu **Tarnowitz** tritt, zur Verkürzung der Windleitungsröhren, der Wind aus dem cylindrischen Regulator durch kurze Ansatzröhren in die Oefen. — Bei der Windzuleitung von oben in die Windstöcke ist der Weg am kürzesten und die Schlacke kann nicht in dieselben zurücktreten. Um ein Eindringen der Hohofengase in den Winderhitzungsapparat und dadurch Explosionen zu vermeiden, hat v. HOFF eine Sicherheitsklappe an der Windleitungsröhre angebracht, welche beim Ausströmen des Windes gehoben wird, beim Abstellen desselben aber durch ihr eigenes Gewicht zufällt und dann den Hohofengasen durch eine hierdurch frei werdende Oeffnung der Austritt in die freie Luft gestattet wird. Zusammensetzung eines Röhrenkittes: B. u. h. Ztg. 1862. S. 50, 267. Wärme zusammen haltender Ueberzug über den Windleitungsröhren: B. u. h. Ztg. 1863. S. 372.

S. 661. Windberechnung. Berechnung aus dem Verbrauch an Brennstoff etc.: Schweiz. polyt. Ztschr. VII, 121. — Manometer mit Schwimmer: B. u. h. Ztg. 1862. S. 18. — v. HAUER, Einfluss der im Gestell herrschenden Pressung auf die einströmende Windmenge: Berggeist 1862. Nr. 74. — SCHÖFFEL, Beobachtungen beim Ablesen der Windtemperatur: B. u. h. Ztg. 1862. S. 367. — SCHMIDT, über graphische Windtabellen: RITTING. Erfahr. 1860. S. 22.

Educte.

S. 693. Blei. Analysen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 88, 321. — Krystallisation: B. u. h. Ztg. 1862. S. 320. — Haarförmiges Blei: B. u. h. Ztg. 1862. S. 269.

S. 698. Eisen. Analysen von Herd-, Puddel- und Bessemereisen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 289, 322; 1865. S. 84. — Geschichtliches über das Krystallinischwerden des Eisens: Oestr. Ztschr. 1861. Nr. 47.

S. 704. Kupfer. Analysen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 386; 1864. S. 89, 322. — Krystallisirtes K. von **Dognaszka**: B. u. h. Ztg. 1862. S. 320.

S. 710 Nickel. Analysen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 168; 1864. 323; DINGL. Bd. 170. S. 41.

S. 714 Wismuth. Analysen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 323.

Zink. Analysen: B. u. h. Ztg. 1861. S. 403; 1864. S. 323. S. 714.

Zinkgewinnung in Serbien in Oefen mit Holzkohlenfeuerung: B. u. h. Ztg. 1865. S. 12. S. 710.

Zinn. Analysen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 323. S. 718.

Hüttenfabrikate.

Hartblei. Analysen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 321. S. 720.

Stahl. Analysen von Puddel- und Bessemerstahl: B. u. h. Ztg. 1864. S. 289; von Wolframstahl: B. u. h. Ztg. 1863. S. 115. S. 722.

Schwefelantimon. Analysen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 321. S. 727.

Zwischenproducte.

Werkblei. Analysen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 90. S. 734.

Zinnlegirungen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 92. S. 737.

Leche. Analysen von Silberrohstein: Oestr. Ztschr. 1862. Nr. 40; von Bleistein: B. u. h. Ztg. 1863. S. 90. S. 746.

Speisen. Analysen: B. u. h. Ztg. 1861. S. 349; 1864. S. 323, 324. S. 757.

Roheisen: Analysen von weissem: B. u. h. Ztg. 1860. S. 465; 1862. S. 320; 1864. S. 282, 322, 336; 1865. S. 84, 188; von grauem: B. u. h. Ztg. 1860. S. 55; 1861. S. 357; 1862. S. 323; 1865. S. 188. S. 768.

Glätte. Analyse: B. u. h. Ztg. 1864. S. 316, 321. S. 774.

Eisenhammerschlag: B. u. h. Ztg. 1864. S. 368. S. 779.

Hüttenabfälle.

Ofenbrüche. Bleiische: B. u. h. Ztg. 1862. S. 12. — Zinkische aus Zinköfen: B. u. h. Ztg. 1861. S. 280; 1863. S. 247; aus Zinkhüttenhalden: Berggeist 1861. S. 436; aus Eisenhohöfen: B. u. h. Ztg. 1862. S. 98; Flugstaub aus Bleiöfen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 91, aus Eisenhohöfen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 439. S. 780.

Schlacken. — Schwefel in Schlacken: B. u. h. Ztg. 1864. S. 315. — Versuche über Schmelzbarkeit: B. u. h. Ztg. 1862. S. 440. — Mikroskopische Structur: B. u. h. Ztg. 1864. S. 236. — Anwendbarkeit der Schlacken zu Bädern: Oestr. Ztschr. 1862. S. 159; B. u. h. Ztg. 1862. S. 366; zu Ziegeln: B. u. h. Ztg. 1861. S. 357; 1863. S. 388; zu Ka- S. 810.

nonenkugeln: Berggeist 1862. Nr. 93; B. u. h. Ztg. 1863. S. 122. — Analysen von Bleischlacken: B. u. h. Ztg. 1863. S. 91. Preuss. Ztschr. 1862. X, 195; von Rohschlacken: Oestr. Ztschr. 1862. S. 299; von Kupfererzschlacken: B. u. h. Ztg. 1864. S. 89; von der Steinentsilberung durch Blei: Oestr. Ztschr. 1862. Nr. 40, 41. — Constitution der Eisenfrischschlacken: Berggeist 1861. Nr. 56; Preuss. Ztschr. 1863. XI, 178. — Analysen von Rennfeuerschlacken: B. u. h. Ztg. 1862. S. 320; von Eisenfrischschlacken: B. u. h. Ztg. 1861. S. 355; HARTM. Fortschr. VI, 233. — Analysen von Puddelschlacken: B. u. h. Ztg. 1863. S. 438; 1864. S. 289; von Feineisenfeuerschlacken: B. u. h. Ztg. 1864. S. 288; von Kupoloofenschlacken: B. u. h. Ztg. 1862. S. 26; von Eisenhohofenschlacken: B. u. h. Ztg. 1861. S. 130, 357; 1862. S. 320, 323, 344; 1864. S. 168, 288, 316, 322; Polyt. Centr. 1862. S. 825.

Zweiter Band.

Blei.

S. 6. Bleiproben. — Nach STÉVART. B. u. h. Ztg. 1864. S. 56. — Zu Tarnowitz werden 50 Grm. Bleiglanz mit Weinstein und Salpeter in schmiedeeisernen Tiegeln geschmolzen und der Bleikönig abgetrieben.

S. 31. Bleigewinnungsmethoden. — CAHEN, Metallurgie des Bleies: B. u. h. Ztg. 1863. S. 366. — Unreinigkeiten des Bleies und ihr Einfluss bei der technischen Verwendung: B. u. h. Ztg. 1864. S. 12. — MRAZEK, über den Kupfer- und Nickelgehalt von Bleihüttenproducten: B. u. h. Ztg. 1864. S. 315; BAKER, über den Nickelgehalt in englischen Bleien: B. u. h. Ztg. 1865. S. 188. — LAMPADIUS, Zugutemachung quarziger Weissbleierze auf nassem Wege: B. u. h. Ztg. 1863. S. 380. — Belgische Bleigewinnungsmethode, langsame Röstung bei niedriger Temperatur, einmalige Reaction im Flammofen mit 2 Rosten, wie beim Kärnthner Prozess, und Verschmelzen der reichen Rückstände im Schachtofen, wobei das grösste Bleiausbringen stattfindet: B. u. h. Ztg. 1863. S. 366.

Kärnthner Flammofenprozess. — Vergleichung desselben mit dem englischen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 267. — Beispiele für den Kärnthner Prozess: FRITZSCHE in B. u. h. Ztg. 1863. S. 74; THUM in B. u. h. Ztg. 1863. S. 197. — Ueber Kärnthens Blei- und Zinkerzlagerstätten: B. u. h. Ztg. 1863. Nr. 15; Oestr. Ztschr. 1863. Nr. 22; B. u. h. Ztg. 1863. S. 9. — Kärnthner Prozess im südlichen Spanien: Berggeist 1863. S. 45; B. u. h. Ztg. 1863. S. 279. S. 51.

Englischer Flammofenprozess. — MOISSENET in B. u. h. Ztg. 1863. S. 243 über den Prozess zu Pontesford; v. NEUENDAHL über den zu Tarnowitz: B. u. h. Ztg. 1864. S. 294. S. 64.

VOGL's Schachtofenconstruction hat sich in Neusohl wohl bewährt (Bericht über die 2. Versamml. d. Berg- und Hüttenmänner in Wien 1862. S. 97). S. 108.

Niederschlagsarbeit. — Von Einfluss auf die Eisenconsumtion (S. 124) ist auch die Anwesenheit von Schwefelzink und Zinksilicat (B. u. h. Ztg. 1864. S. 315). — Bei Schmelzversuchen im Rachetteschen Bleiofen zu Altenauer Hütte brachte man bei ärmerer Schlacke, geringerem Brennmaterialaufwand und fast gänzlich unterdrückter Flugstaubbildung das $2\frac{1}{2}$—3fache von dem eines gewöhnlichen Schliegofens aus (B. u. h. Ztg. 1864. S. 349). — Ueber die Tarnowitzer Bleiarbeit und die Erzgewinnung siehe: v. NEUENDAHL in B. u. h. Ztg. 1864. Nr. 36 und 43. — Erzanalysen von Przibram: Leoben. Jahrb. 1864. XIII, 25. S. 116. S. 135. S. 149. S. 153.

Röstreductionsarbeit. — Ueber Schlacken- und Staubröstung: Bericht über die 2. Versammlung d. Berg- und Hüttenmänner in Wien 1862. S. 26, 93, 96. — Ueber den Nutzen der Erzeugung von Bisilicatschlacken: ibid. S. 95. S. 162.

Um das beim Rösten gebildete schwefelsaure Bleioxyd möglichst zu zersetzen und dadurch den Steinfall zu vermeiden, steigert man gegen das Ende des Röstens die Temperatur bis zum Sintern, wobei entweder durch Einwirkung des noch unzersetzten Bleiglanzes auf das Bleisulphat sich metallisches Blei und schweflige Säure bildet oder durch Quarz das Bleisulphat unter Bildung von Bleisilicat zerlegt wird. Bei ersterer Zersetzungsweise (Ems, Holzappel etc.) findet ein grösserer Bleiverlust durch Verflüchtigung von

metallischem Blei statt, als bei letzterer (Commern, Stolberg).

S. 180. Ueber die Rammelsberger Erzlagerstätte: B. u. h. Ztg. 1864. Nr. 45; Berggeist 1864. Nr. 95. — Theorie des

S. 185. Przibramer Schmelzprozesses: B. u. h. Ztg. 1864. S. 315 und über den Przibramer Bergbau: B. u. h. Ztg. 1864. S. 291. Der Schwefelgehalt in den Schlacken ist nicht als Sulphosilicat oder in deutlich sichtbarem Stein beigemengt, sondern Schwefeleisen findet sich in mechanischer Auflösung in den Schlacken, wie Kupferoxydul in Kupfer. Der hohe Eisenverbrauch wird einmal durch Zinkblende, dann durch Zinksilicat veranlasst. — Ueber die Freiberger Hüttenprozesse ist eine umfangreiche Abhandlung von CARNOT in den Ann. d. min. 1864. livr. 4. erschienen (B. u. h. Ztg. 1865). — HERGET, über die Bleihüttenprozesse zu Ems, Holzappel und Braubach in ODERNHEIMER's Berg- und Hüttenwesen im Herzogthum Nassau. 1864. Zweites Heft. S. 188. (B. u. h.

S. 209. Ztg. 1865. S. 176.)— Ueber die Aufbereitung auf Grube Silber-

S. 219. art bei Müsen: Berggeist 1863. Nr. 34. — Schmelzprozess

S. 224. zu Vialas: B. u. h. Ztg. 1864. S. 357. — Aufbereitung

S. 231. am Bleiberge bei Commern: Preuss. Ztschr. 1862. X, 257. — Aufbereitung zur Emser Hütte: B. u. h. Ztg. 1864. S. 361. — Schemnitzer Metallbergbau und Hüttenbetrieb: Leob. Jahrb. 1864. XIV. 1.

S. 240. Bleigewinnung aus oxydirten Bleierzen in Spanien: B. u. h. Ztg. 1863. S. 20, 49; Berggeist 1862. S. 414; 1863. S. 42.

S. 263. Sibirisches Glättefrischen, zu Müsen versucht: B. u. h. Ztg. 1863. S. 92.

S. 274. Bleischlackenmassen in Griechenland: B. u. h. Ztg. 1864. S. 285. — Bleischlackenschmelzen in England: B. u. h. Ztg. 1865. S. 147.

S. 280. Bleiraffination. Verfahren in Spanien: Berggeist 1863. S. 46. — Raffination von Hartblei mit überhitzter Luft: B. u. h. Ztg. 1864. S. 399. — Freiberger Verfahren: Berggeist 1862. Nr. 18. B. u. h. Ztg. 1865.

Kupfer.

S. 293. Kupfererze. Analysen von gediegen Kupfer aus Corrocorro: B. u. h. Ztg. 1864. S. 93, aus Chili,

Nordamerika und vom Ural: B. u. h. Ztg. 1864. S. 168. — Dr. WIEBEL, das Ged. Kupfer und das Rothkupfererz. 1864.

Kupferproben. S. 299.

WINKLER's trockne Probe. Das Erz etc. wird vollständig abgeröstet, nachdem soviel eingewogen, dass das ausgebrachte Gaarkupferkorn nicht über 10 Probirpfund wiegt, und mit $^1/_4$—$^1/_2$ Ctr. reinem Antimon, einem Stückchen Eisen, Flussmittel und Borax gemengt und in eine Kupfertute gethan. Der Fluss besteht zweckmässig aus 3 Thln. völlig schwefelfreier Soda und 1 Thl. Weizenmehl. Man schmilzt bei bis zur angehenden Weissgluth steigender Temperatur und macht das erfolgende Schwarzkupferkorn auf dem Scherben mit Borax gaar, wobei unter deutlicher Schuppenbildung zunächst das Eisen sich verschlackt, dann, wenn das Korn blank geworden, das Antimon bei Luftzutritt verdampft. Ist nach einigen Minuten das meiste Antimon verraucht und das Korn kleiner geworden, so nimmt man den Scherben heraus und behandelt den König nochmals in dem so heiss als möglich gehaltenen Ofen, bis das Kupfer in deutlichen Regenbogenfarben blickt und das Rauchen aufhört, worauf man den Scherben herausnimmt, abkühlt etc. So lange noch Antimon vorhanden, verschlackt sich kein Kupfer. Gut gerathene Proben differiren höchstens um 5—10 Pfdthl.. 0,1—0,2% Antimon bleiben immer im Korn zurück, welches aber völlig roth und auch bis zu einem gewissen Grade ductil ist (B. u. h. Ztg. 1863. S. 347).

Bei einem Nickelgehalt des Probirgutes verfährt man auf die Bd. IV. S. 446 angegebene Weise.

Schwedische Probe. Nach WINKLER (B. u. h. Ztg. 1863. S. 348) soll neben Kupfer durch Eisen auch etwas Nickel gefällt werden. SAMUELSEN fand in einem solchen Cementkupfer 0,56% Nickel und Spuren von Kobalt. S. 317.

Bestimmung des Kupfers als Sulphür. Zu Fahlun löst man 1 Gramm Erz etc. mit 5—8% Kupfer in Königswasser, dampft mit Schwefelsäure zur Trockne, löst in Wasser, filtrirt, setzt 2—3 C. C. einer gesättigten Lösung von unterschwefligsaurem Natron hinzu, kocht $^1/_4$ Stunde stark, filtrirt und verfährt in der angegebenen Weise. Bei S. 319.

Lechen, die mehr Kupfer enthalten, nimmt man nur ½ Grm. und entsprechend mehr Fällungsmittel, indem man nach dem ungefähren Kupfergehalt dessen Menge normirt hat.

S. 322. PARKES' Kupfertitrirprobe. Dieselbe ist von FLAJOLOT für unreine Fahlerze in Anwendung gebracht (B. u. h. Ztg. 1863. S. 302, 439). — v. WOLFSKRON in Oestr. Ztschr. 1865. Nr. 20.

S. 344. GERSTENHÖFER's Röstofen gestattet bei geeigneter Erzbeschaffenheit (namentlich Abwesenheit von Blei) eine sehr vollständige Abröstung. Das Material wird einem heissen Luftstrom in sehr grosser Vertheilung dargeboten (B. u. h. Ztg. 1864. S. 6). — STETEFELDT hat die Ofenconstruction einer mathematischen Erörterung unterworfen (B. u. h. Ztg. 1865. Nr. 14).

S. 413. Verunreinigungen des Kupfers. ABEL, Sauerstoff- und Schwefelgehalt im Kupfer: B. u. h. Ztg. 1864. S. 324. — REISCHAUER, Verunreinigungen des Handelskupfers: B. u. h. Ztg. 1864. S. 384; FLEITMANN in B. u. h. Ztg. 1865. S. 123. MILLON, Reinigung des Kupfers von Arsen und Eisen: B. u. h. Ztg. 1863. S. 380.

S. 434. Gelferzschmelzen zu Schemnitz in NEUMANN's Stammbaum der Schemnitzer Hüttenprozesse: Oestr. Ztschr. 1862. Nr. 39.

S. 436. Erzlagerstätte von Agordo: B. u. h. Ztg. 1862. S. 425; Oestr. Ztschr. 1863. S. 114, Nr. 13, 30.

S. 451. Die Kupfergewinnung in Herdöfen auf der Insel Luzon (Manila, Philippinen) gleicht der in Japan und China (B. u. h. Ztg. 1865. S. 37).

S. 456. Neuerungen auf Loher Hütte: B. u. h. Ztg. 1863. S. 456.

S. 478. SPENCE's combinirter Kupfererzröst- und Schmelzflammofen: B. u. h. Ztg. 1865. S. 26.

S. 491. Raffiniren des Schwarzkupfers im Flammofen: STETEFELDT in B. u. h. Ztg. 1863. S. 185.

S. 516. Ueber den Mansfelder Bergbau: MENTZEL in B. u. h. Ztg. 1864. Nr. 26. — Ueber den dasigen Hüttenbetrieb: v. GRODDECK in B. u. h. Ztg. 1864. Nr. 8; PELTZER und GREINER in Revue univers. 1864. 8 an. 3 livr. p. 424. — Auf der Hütte der Neumansfelder Gesellschaft zu Neu-

krug am Harze hat man zum Kupferschieferschmelzen einen 3förmigen 30 Fuss hohen Ofen mit freistehendem Gestell, Blechmantel und Wasserkühlung der Formen, durch Mansfelder Oefen ersetzt.

Uralische Kupferhüttenprozesse. Grössere Schmelzöfen von LALETIN: B. u. h. Ztg. 1863. S. 427. S. 571.

Kupfergewinnung auf nassem Wege. Behandlung gerösteter Kiese mit Schwefelsäure und Wasserdampf in Lancashire: B. u. h. Ztg. 1863. S. 140. — Rückständige Flüssigkeit von der Chlorbereitung mittelst Braunsteins und Salzsäure zur Kupferextraction aus Kiesen nach NÄFFELY: B. u. h. Ztg. 1863. S. 51. — Entfernung des Arsens aus Kupferlaugen nach UGARTÉ: B. u. h. Ztg. 1864. S. 399. — Eisenpulver als Fällungsmittel für Kupfer: B. u. h. Ztg. 1864. S. 324; desgl. Eisenschwamm: B. u. h. Ztg. 1864. S. 392. — Kupferextraction zu Rheinbreitenbach: B. u. h. Ztg. 1864. Nr. 20. — Kupfererzlagerstätten zu Riotinto: B. u. h. Ztg. 1863. S. 200. — Prozess zu Agordo: B. u. h. Ztg. 1864. S. 104. S. 578. S. 610. S. 615. S. 616.

Zink.

Zinkerze. Analysen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 367. — Vorkommen von Galmei in Spanien: B. u. h. Ztg. 1863. S. 163. — Zinkblende hat man versucht in Belgien dadurch zu entsilbern, dass man die beim Rösten der Blende entwickelte schweflige Säure in mit Wasser angerührte geröstete Blende leitete, wobei sich leichtlösliches schwefligsaures Zinkoxyd bildet und das Silber ungelöst bleibt. Die Hauptschwierigkeit hierbei war die Entstehung eines zusammengeballten Salzes beim Einleiten der schwefligen Säure. Die Blende von Pontpean in der Bretagne enthält in 1 Tonne 1000—1500 Gramm Silber, etwa 5—8 mal mehr, als der daselbst einbrechende Bleiglanz. S. 626. S. 629.

Zinkproben. Indirecte Zinkbestimmung nach BERTHIER: B. u. h. Ztg. 1864. S. 56. — Belgische Zinkprobe: Auflösen in Salzsäure, Oxydation des Eisenoxyduls, Fällen mit Ammoniak und kohlensaurem Ammoniak, Filtriren, Niederschlagen des Zinks aus der ammoniakalischen Lösung durch Schwefelnatrium, Auflösen des Schwefelzinks S. 631.

in verdünnter Salzsäure, wobei Schwefelkupfer zurückbleibt, und Fällen des Zinks durch kohlensaures Natron. Um zu verhüten, dass hierbei das kohlensaure Zinkoxyd flockig niederfällt, hat Dr. JACOB (B. u. h. Ztg. 1864. S. 373) Vorsichtsmassregeln angegeben.

S. 633. Schaffner'sche Titrirprobe. Nach KÜNTZEL ist die Tupfprobe mit Nickellösung (II. 635) von GROLL sicherer, als die Bestimmung des Reactionsendes durch Eisenoxydhydrat, letztere aber bei vorsichtigem Arbeiten schärfer. Während bei ersterer Differenzen von $^1/_4$ % vorkommen, gibt letztere bis auf $^1/_{10}$ % genaue Resultate, wenn man das Schwefelnatrium vorsichtig hinzufügt. Setzt man nämlich zu Eisenoxydhydrat und ammoniakalischem Wasser rasch Schwefelnatrium, so wird das Eisen nicht gleich geschwärzt. KÜNTZEL hat auch ein Verfahren angegeben, Nickel und Zink neben einander zu bestimmen (ERDM. J. f. pr. Chem. Bd. 88. S. 486; B. u. h. Ztg. 1864. S. 52).

Einen Mangan- und Bleigehalt entfernt man nach STADLER (B. u. h. Ztg. 1864. S. 300) dadurch, dass man nach dem Fällen mit Ammoniak vor dem Filtriren eine Lösung von salpetersaurem Natron zugesetzt. Auch durch 24 stündiges Stehenlassen der ammoniakalischen Lösung scheidet sich das Mangan ab. GALETTI titrirt mit Ferrocyankalium (ERDM. J. Bd. 94. S. 398).

S. 637. Zinkgewinnungsmethoden. Nach DEVILLE und TROOST liegt der Siedepunct des Zinks bei 1040°, nach BECQUERELL bei 932°. Letztere Angabe ist aus S. 556 angegebenen Gründen wahrscheinlich unrichtig.

S. 646. Blenderöstung. Man hat beim Blenderösten $2-2^1/_2$ % Zinkverlust theils mechanisch, theils chemisch durch Reduction von Zinkoxyd durch Russ etc. Versucht man das letzte Procent Schwefel auszutreiben, so steigt der Röstverlust bedeutend, so dass man dasselbe im Röstgut lässt. — Die Gewinnung von Schwefelsäure aus Zinkblende hat darin ihre Hauptschwierigkeit, dass die schweflige Säure namentlich in der letzten Periode der Röstung zu verdünnt mit Luft in die Bleikammern eintritt und bei grosser Production zu viel Bleikammern erfordert. Beim Durchleiten der schwefligen Säure durch einen Schachtofen mit glühenden Koks

scheidet sich zwar aller Schwefel ab, aber derselbe wird verflüchtigt bei einem nicht unbedeutenden Verbrauch an Koks.

Zinkverlust durch Porosität der Destillirgefässe. Dieser bis 26% betragende Verlust lässt sich nach GATELLIER (B. u. h. Ztg. 1863. S. 355) durch Glasiren der Röhren wesentlich vermindern, nicht aber der Muffeln (B. u. h. Ztg 1865. S. 196). S. 671.

Zinkdestilliröfen. Als feuerfeste Masse haben sich Quarzziegel wohl bewährt. — Statt runder Röhren wendet man in Belgien neuerdings auch ovale an, von denen der Ofen mehr fasst, ohne dass er erhöht zu werden braucht. — Neuerdings sind auch die Siemens'schen Regeneratoren an Zinköfen angebracht. — THUM hat einen Zinkofen für Holzkohlenfeuerung construirt und mit Vortheil angewandt (B. u. h. Ztg. 1865. S. 12). — Durch Zuführung von Luft hinter den Rost hat man bei belgisch-schlesischen Oefen eine grössere Anzahl Muffeln (bis 52) nach DÄHNE anbringen können (B. u. h. Ztg. 1865. S. 148). S. 678.

Galmeibergbau von Altenberg: B. u. h. Ztg. 1863. S. 329. — Lydogniahütte: B. u. h. Ztg. 1863. S. 123. — DARLINGTON's Methode der Zinkgewinnung: B. u. h. Ztg. 1863. S. 293, 396. — Methode von MÜLLER und LENCAUCHEZ: B. u. h. Ztg. 1863. S. 281. S. 682. S. 704.

Cadmium.

Gewinnungsmethoden. Der Siedepunct des Cadmiums liegt nach DEVILLE und TROOST bei 860°, nach BECQUERELL bei 746,2° C. Um dasselbe als gelbe Farbe, welche sich nicht verändert, nutzbar zu machen, fällt man es aus seinen Lösungen durch Zink, löst das präcipitirte metallische Cadmium wieder auf und erzeugt durch Fällung mit Schwefelwasserstoffgas gelbes Schwefelcadmium. S. 735.

Cadmiumdarstellung in Engis: B. u. h. Ztg. 1864. S. 368.

Zinn.

Zinnproben. Nach WINKLER (B. u. h. Ztg. 1864. S. 17) werden die Zinnerze geröstet, mit Salzsäure extrahirt und mit einem Gemisch von 2—3 Ctr. Fluss (2 Soda und 1 Mehl), 25 Pfd. Boraxglas und 1% Kupferoxyd 1 Stunde S. 744.

lang erst bei Rothgluth, dann bei angehender Weissgluth in einer Kupfertute auf ein Zinnkupferkorn verschmolzen, in welchem sich alles Zinn ansammelt, während ohne Kupferoxydzusatz leicht einzelne Zinnkörner sich bilden. Der Kupfergehalt des Kupferoxydes (78,3 — 78,5 %) wird dann vom Gewicht des Kupferzinnkönigs abgezogen.

S. 765. Englische Zinnsorten: B. u. h. Ztg. 1864. S. 392.

Quecksilber.

S. 783. Erze. Ueber das Vorkommen des Quecksilbers auf der Erde: Preuss. Zeitschr. 1862. X, 361, 386, 391.

S. 798. Quecksilberwerke zu Almaden: Nöggerath in Preuss. Zeitschr. 1862. X, 361; B. u. h. Ztg. 1863. S. 268; 1865. S. 187. Lahure in Bullet. de la société de l'industrie minérale. IX, 471. 1864.

S. 803. Quecksilberwerk zu Vallalta: B. u. h. Ztg. 1864. S. 284. Die hölzernen Condensationsröhren haben gegen eiserne auch ihre grossen Schattenseiten: Oestr. Ztschr. 1864. Nr. 41. B. u. h. Ztg. 1865. S. 139.

S. 811. Quecksilberwerk zu Zweibrücken. Ure's Apparat hat sich nicht bewährt. Die Condensation der Dämpfe war mangelhaft, indem eine Spannung derselben eintrat, das Lutum nicht hielt und die Dämpfe in die Hütte traten. Die noch vorhandene einzige Hütte wird in Bälde eingestellt werden, sobald das Grubenfeld abgebaut ist.

Wismuth.

S. 828. Wismuthgewinnung auf nassem Wege aus Testasche zu Freiberg: B. u. h. Ztg. 1865.

Dritter Band.

Eisen.

a. Roheisen.

S. 22. Veränderung der Structur des grauen R. in Glühhitze zu Königshütte: B. u. h. Ztg. 1864. S. 42.

Dichtigkeit des R. Festes R. schwimmt nach CENTNER auf flüssigem (B. u. h. Ztg. 1864. S. 52) und zwar nach SCHOTT (Ztschr. des Ver. deutsch. Ingen. VIII.) wahrscheinlich in Folge eines Krystallisationsbestrebens, indem sich das gegossene Eisen in den Formen ausdehnt und bei abnehmender Temperatur ein grösseres Volumen einnimmt, als vorher, also specifisch leichter wird. Auf strahlend weissem flüssigen Eisen schwimmt daher kaltes, sinkt aber ein und unter auf erkaltendem, röthlich erscheinenden flüssigen Eisen. S. 27.

Producte vom Auflösen des R.: B. u. h. Ztg. 1864. S. 201; 1865. S. 55. S. 31.

Entfernung des Schwefels, Phosphors und Kupfers aus Eisenerzen nach KERPELY: B. u. h. Ztg. 1864. S. 231. S. 41.

Chromgehalt des R.: B. u. h. Ztg. 1864. S. 376; Wolframgehalt: B. u. h. Ztg. 1864. S. 300. S. 56.

KALLE, Constitution des grauen R.: B. u. h. Ztg. 1864. S. 173. S. 60.

Eisenerz-Analysen: Leoben. Jahrb. 1864. XIII.; Spatheisensteine: B. u. h. Ztg. 1864. S. 336, 385, 403. Elba'er Eisenerze: B. u. h. Ztg. 1865. S. 131. S. 63.

Eisenfrischschlacken: Schwierigkeiten bei ihrer Verhüttung: Preuss. Ztschr. XI, 307. — Verschmelzen im Puddelofen auf Schmiedeeisen. B. u. h. Ztg. 1864. S. 336. — Verkoken der Schlacken mit Steinkohlen, wobei unter Verflüchtigung von Phosphor- und Schwefelwasserstoffgas sich das Eisen reducirt und kohlt, ohne dass Kieselsäure reducirt wird, dann Anwendung der Schlackenkoks statt gewöhnlicher Koks in Eisenhohöfen nach der Methode von MINARY und SOUDRY (B. u. h. Ztg. 1865. S. 43). S. 80.

VOGLER, Formeln zur Vorausberechnung der Darstellungskosten des Roheisens, sowie zur Werthbestimmung der Eisenerze und Zuschläge in: B. u. h. Ztg. 1865. Nr. 2. S. 84.

Eisenprobe auf trocknem Wege. PERCY beschickt die Eisenerze auf eine aus 38 $\dot{S}i$, 15 $\dot{A}l$ und 47 $\dot{C}a$ bestehende Schlacke und schmilzt nach der schwedischen Methode in S. 96.

mit Kohle ausgefütterten Tiegeln. Nach der englischen Methode wird das Erz mit Flussmittel und Kohlenpulver in Graphit- oder unausgefütterten Thontiegeln verschmolzen (B. u. h. Ztg. 1864. S. 197). — Eine approximative Bestimmung des Eisengehaltes in thonigen Erzen findet nach STÉVART statt durch Mengen von 1 Ctr. Erz mit 15—20% Kreide und Erhitzen des mit einem Stückchen Aetzkali bedeckten Gemenges in einer Eisentute; ferner nach LIEBIG durch Erhitzen des Erzes mit Soda und Cyankalium und Ausschlämmen des reducirten Eisens (B. u. h. Ztg. 1864. S. 55).

S. 109. Eisentitrirproben. Als beste Proben dieser Art empfiehlt PERCY (B. u. h. Ztg. 1864. S. 198) die Penny'sche und Margueritte'sche, STÉVART (B. u. h. Ztg. 1864. S. 55) letztere. Sonstige neuere Proben sind noch angegeben von MOHR (B. u. h. Ztg. 1864. S. 284) und MITTENZWEY (B. u. h. Z. 1864. S. 267).

S. 123. Englische Eisensteinsröstöfen versuchsweise zu Königshütte in Oberschlesien angewandt: Preuss. Ztschr. Bd. XI. Nr. 4. S. 336.

S. 152. Koks. LÜRMANN weist durch Zahlen nach, dass es für die meisten Hütten vortheilhafter ist, sich aus Steinkohlen die Koks selbst zu bereiten, als sie anzukaufen. (Berggeist 1865. Nr. 35.

S. 162. Beschicken auf manganhaltiges Spiegeleisen. Man muss nach HOHENEGGER auf eine Singulosilicatschlacke beschicken (B. u. h. Ztg. 1864. S. 336). Nach CARON wächst der Mangangehalt mit Vermehrung der kalkigen Zuschläge ohne gleichzeitige Erhöhung der Temperatur (B. u. h. Ztg. 1864 S. 259).

S. 186. Hohofenproductionen. Concordiahütte 20000, Rachetteofen zu Mühlheim 30—35000, Neuschottland 37700, Ilsede 39000, Mühlhofen 45000, Steele 70 - 87000 Pfd. täglich.

S. 236. COINGT's Aufgeber und Gasfang: B. u. h. Ztg. 1864. S. 258.

S. 239. STAHLSCHMIDT's Hohofengestalten: B. u. h. Ztg. 1864. S. 243, 389.

S. 242. Rachette'scher Hohofen zu Mühlheim: B. u. h. Ztg. 1864. S. 203, 209, 343; 1865. S. 77.

Höhe eines Eisenhohofens auf BOLCKOW und VAUGHAN's Works 75 Fuss. S. 251.

Theorie des Eisenhohofenprozesses: ERBREICH in Preuss. Ztschr. XI, 301; GURLT in LIEBIG's Handwörterbuch. 1862. II, 1041; AUBEL im Berggeist 1864. Nr. 76, 77; B. u. h. Ztg. 1864. S. 210. — Oestr. Ztschr. 1864. S. 397. S. 285.

Eisenverlust durch Verschlackung wird in England zu durchschnittlich 2% angenommen, steigt aber zuweilen auf 5% (B. u. h. Ztg. 1864. S. 198). S. 296.

Grundsätze beim Chargiren: B. u. h. Ztg. 1864. S. 286; 1865. S. 223. S. 307.

Darstellung von Spiegeleisen in Steyermark (B. u. h. Ztg. 1864. S. 385) und Siegen (B. u. h. Ztg. 1864. S. 403). S. 330.

Nach JORDAN ist zur Spiegeleisenbildung erforderlich, a) dass das gekohlte Eisen nicht früher schmilzt, als die Schlacke, damit dasselbe nicht durch die im Gestell anwesende Kohlensäure entkohlt wird; manganhaltiges Roheisen ist strengflüssiger, als manganfreies und schmilzt deshalb weniger leicht vor der Schlacke. b) Die Schmelztemperatur darf nicht zu hoch über dem Temperaturmaximum vor den Formen liegen, weil sonst das Spiegeleisen beim Passiren der hohen Temperatur Graphit ausscheidet. c) Eine Singulosilicatschlacke von Thonerde, Kalkerde und Talkerde, flüssig gemacht durch Manganoxydul. d) Schwefel- und phosphorfreie Erze. e) Ofen mit weitem Gestell.

Der Mangangehalt im Spiegeleisen nimmt zu mit der Pressung und Temperatur des Windes und der Vermehrung des Zuschlages von Kalk und Magnesia (B. u. h. Ztg. 1865. S. 102).

Ueber Giessereibetrieb: DÜRRE in B. u. h. Ztg. 1865. Nr. 1 u. f. S. 348.

Schweissen des Gusseisens: B. u. h. Ztg. 1864. S. 198. S. 401.

Darstellung von hämmerbarem Gusseisen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 401. S. 401.

b. Stabeisen.

Porosität des Stabeisens in der Hitze: B. u. h. **1864. S. 236**; Bericht über die dritte Versammlung der S. 413.

Berg- und Hüttenmänner in Ostrau. Wien 1864. S. 99; SCHAFHÄUTL in B. u. h. Ztg. 1864. S. 274, 300.

S. 425. Stabeisendarstellung aus Erzen nach JOHNSON's Methode: B. u. h. Ztg. 1864. S. 260.

S. 432. Verschiedenes Verhalten von Puddel- und Herdeisen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 274.

S. 480. Vergleichung der steyerschen Einmalschmelzerei mit der schwedischen Wallonarbeit: Oestr. Ztschr. 1864. S. 127.

S. 482. Manipulationen und Erfolge bei Anwendung verschiedener Puddelmethoden zu Hirschwang: Oestr. Ztschr. 1864. No. 32.

S. 497. Bleiglättezusatz beim Puddeln veranlasst nach KERPELY einen bedeutenden Eisenverlust, ohne den Schwefel zu entfernen (B. u. h. Ztg. 1864. S. 232).

S. 498. Puddeln mit Wasserdampf nach ROSSIWALL's Methode: Oestr. Ztschr. 1864. No. 18.

S. 499. Combination von Hohofen, Feineisenfeuer und Puddelofen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 260.

S. 512. Siemens'sche Puddel- und Schweissöfen gaben auf französischen Hütten eine Ersparung von 30—40 % Brennstoff und einen um 1—2 % geringeren Eisenabgang, als gewöhnliche Oefen, dagegen betrugen die Anlagekosten das Doppelte, die Arbeit ist subtiler und es lassen sich Dampfkessel an den Oefen nicht anbringen (B. u. h. Ztg. 1865. S. 67).

S. 519. Walzwerk mit Riemenbetrieb: B. u. h. Ztg. 1864. S. 284.

S 521. Presshammer von HASWELL (B. u. h. Ztg. 1864. S. 281), von SHANKS u. WILSON (B. u. h. Ztg. 1864. S. 236).

S. 521. Herstellung von Panzerplatten: B. u. h. Ztg. 1864. S. 284.

S. 528. Theorie des Puddelprozesses nach MÈNE: B. u. h. Ztg. 1864. S. 398.

S. 553. Mechanischer Puddler: B. u. h. Ztg. 1864. S. 266, 392; 1865. S. 201.

S. 556. Kesselblechfabrikation zu Reschitza: Bericht über die 3. Versammlung der Berg- und Hüttenmänner in Wien. 1864. S. 97.

c) Stahl.

Homogenes Patenteisen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 284. S. 565.

Constitution des Stahls nach DE CIZANCOURT (B. u. h. Ztg. 1864. Nr. 27) und MARGUERITTE (B. u. h. Ztg. 1864. S. 399). S. 578.

Wolframstahl: B. u. h. Ztg. 1864. S. 300. S. 590.

Puddelstahl ist von BREMME erfunden. (B. u. h. Ztg. 1865. S. 97.) S. 622.

Darstellung von Bessemerstahl: B. u. h. Ztg. 1864. S. 276, 284, 295, 408. — Durch seitliches Zuleiten des Windes in den Ofen hat man, allerdings bei etwas längerer Chargendauer, im Kronshüttenbezirk Wotzinsk gute Resultate erhalten (B. u. h. Ztg. 1865. S. 21). — Eine ausführliche, sehr werthvolle Beschreibung der Darstellung des Bessemermetalles zu Heft in Kärnthen, so wie seiner vorzüglichen Eigenschaften findet sich in Oestr. Ztschr. 1865. Nr. 4 und 5. — Bleizusatz beim Bessemern: Oestr. Ztschr. 1865. Nr. 13. S. 646.

Bessemermetall aus Heft in Kärnthen enthält nach BUCHNER (B. u. h. Ztg. 1865) bei

		C.	Si	Mn.
Härtegrad	II	1,35	0,02	0,06.
„	III	1,15	Spr.	—
„	IV	0,85	0,02	—
„	V	0,72	0,03	—
„	VI	0,53	Spr.	--
„	VII	0,11	Spr.	—

Neueste Fortschritte beim Bessemern: TUNNER im Leoben. Jahrb. 1864. XIV, 283. Ders. über Sortirung des Bessemermetalles in Oestr. Ztschr. 1865. Nr. 19.

Verbesserungen an Bessemeröfen: B. u. h. Ztg. 1864. S. 350; 1865. S. 21. S. 667.

Spectralanalyse, beim Bessemern angewandt: B. u. h. Ztg. 1864. S. 300. S. 679.

Rohmaterial zu Gussstahl: B. u. h. Ztg. 1864. S. 275. S. 720.

Brennmaterial- und Tiegelverbrauch bei der Gussstahlfabrikation: B. u. h. Ztg. 1864. S. 276. S. 721.

Einsatzhärtung: B. u. h. Ztg. 1864. S. 268, 392. S. 754.

Vierter Band.

Silber.

S. 1. **Gediegen Silber** in Sibirien: B. u. h. Ztg. 1860. S. 499.

S. 21. **Kupferstein mit eingemengtem met. Kupfer.** Man zerreibt, siebt das Feine ab, probirt letzteres für sich, macht mit dem Groben eine schwedische Kupferprobe, siedet den dabei erhaltenen Rückstand an und berechnet den Kupfer- und Silbergehalt aus beiden Massen.

S. 30. **Münzprobe.** Um auf trocknem Wege in kürzerer Zeit nahe dieselben genauen Resultate zu erhalten, wie durch die Gay-Lussacsche Probe, wird eine Correction des Silberverlustes beim Abtreiben durch eine Gegenprobe vorgenommen, wobei man jedoch den ungefähren Feingehalt der Legirung kennen muss. Hat man z. B. eine Legirung mit 990 Silber und 10 Kupfer, so wird neben der Hauptprobe eine Gegenprobe mit einer Composition von 990 chemisch reinem Silber und 10 reinem Kupfer gemacht und der Silberverlust von 990 der Hauptprobe zugerechnet. Hat man sich auf diese Weise für Legirungen mit verschiedenen Gehalten an chemisch reinem Silber und Kupfer eine Correctionstabelle hergerichtet, so bedarfs nur dann einer Controllprobe wieder, wenn z. B. neue Capellen zur Verwendung kommen oder sich sonst etwas geändert hat. Durch Pressen lassen sich Münzcapellen gleichmässiger herstellen, wie durch Schlagen.

S. 97. Friese, Abdarrprozess zu **Brixlegg**: Leoben. Jahrb. 1864. XIV, 168.

S. 130. Ein geringer **Nickelgehalt** im Blei reichert sich beim Pattinsoniren nach Baker (B. u. h. Ztg. 1865. S. 188) in der Mutterlauge an, findet sich aber auch in den Krystallen, wenn seine Menge eine gewisse Grenze übersteigt, z. B. 10 Unzen in 1 Tonne, ähnlich wie Kupfer.

S. 134. **Französischer Pattinsonirprozess** bei Anwendung von maschineller Kraft: Berggeist 1865. No. 26.

S. 147. **Pattinsoniren** mit Zwischenkrystallen zu **Freiberg** bei vorheriger Raffination des Werkbleies soll im Vergleich zum Altenauer Verfahren des Pattinsonirens (S. 140)

mit gepoltem Blei eine wesentliche Zeitersparung und weitere Anreicherung des Silbers im Reichblei gestatten (Ann. d. min. 6 sér. Tom. VI. 4 livr. de 1864. p. 96. — B. u. h. Ztg. 1865), was auf Altenauer Hütte sehr bezweifelt wird.

Bildung von rother Glätte. Nach HERGET entsteht rothe Glätte durch langsames Erkalten der flüssigen Glätte in grösseren Massen, indem man dieselbe zweckmässig in eiserne Gefässe von etwa 5 Ctr. Fassungsraum laufen lässt. Es bildet sich dann alsbald am Rande der Gefässe eine erstarrte Kruste, welche als schlechter Wärmeleiter die Glätte im Innern längere Zeit flüssig erhält. Da bei dem gewöhnlichen Ablaufen der Glätte in constantem dünnen Strahl leicht und namentlich in der kälteren Jahreszeit dieselbe einen solchen Verlust an Wärme erleiden kann, dass die Bedingungen zur Bildung rother Glätte nur sehr unvollkommen erfüllt werden, so zieht man es in Ems (Bd. IV. S. 186) vor, die Glätte von Zeit zu Zeit in einem vollen Strahle in die Kästen laufen zu lassen und in den Zwischenräumen die Glättgasse geschlossen zu halten. Dabei findet auch ein geringerer Bleiverlust statt. Man erhält von der ganzen gefallenen Glätte durchschnittlich 30 %, im Winter 40 % (B. u. h. Ztg. 1865. S. 186).

S. 176

Abtreiben zur Rothenbacher Hütte bei Müsen. Der 10 F. weite Treibherd hat auf dem Fundament eine Schlackensohle, darauf eine in der Mitte 6 Z. starke Lehmsohle und auf dieser ruht die in der Mitte 7 Z. dicke Mergelsohle aus 2 Kalk und 1 Thon. Tiefe des Herdes 2 Fss., Entfernung von seinem tiefsten Punct bis zur Spitze der festgemauerten Haube 4 Fss., deren oberster Theil abhebbar ist. Durchmesser der mit einem Schnepper versehenen blechernen Kanne 2 Z. Auf den mit Stroh bedeckten Herd setzt man 400—500 Ctr. Werke, feuert zur Austrocknung des Herdes 5—6 Stunden schwach, dann allmälig stärker, bis das Blei nach etwa 24 Stunden eingeschmolzen ist. Hierauf wird der erste Abstrich während 6—8 Stunden abgezogen, dann das Gebläse schwach angelassen und während 4—5 Tagen der antimonreiche zweite Abstrich genommen. Beim Eintritt der Glätteperiode feuert

S. 193

man stärker und verstärkt die Windpressung, erhält dann während 15—16 Stunden unreine Glätte, welche man periodisch und dann jedesmal bei vorheriger stärkerer Feuerung abfliessen lässt, und treibt dann auf reine Glätte.

Ein Treiben von 470 Ctr. 43 Pfd. lieferte in 11 Tagen: 24 Ctr. ersten Abstrich, 72 Ctr. zweiten Abstrich, 195 Ctr. Frischglätte, 160 Ctr. Goldglätte, 2 Ctr. Silberglätte, 38 Ctr. 35 Pfd. Herd und 160 Pfd. Blicksilber bei einem Verbrauche von 10 Klftr. Holz à 108 Cbfss. u. 4 Thlr. 15 Sgr. Preis. Der Herd bestand aus 25 Ctr. Kalkstein und 13 Ctr. Lehm. Die Treibkosten belaufen sich pro Ctr. Werke auf etwa $6^1/_2$ Sgr. Zwei Arbeiter machen 12stündige Schichten; in der Glättperiode besorgt noch ein Dritter das Feuern.

Das Blicksilber wird unter einer eigenthümlichen Eisenmuffel feingebrannt; die reine Glätte mit $^1/_{10}$ Loth Silber und 80—86% Blei ist in Gestalt von Gold- und Silberglätte Handelswaare, aber wegen eines Kupfergehaltes von minderem Werth; — unreine oder Frischglätte mit $^2/_5$ Lth. Silber und 75% Blei wird bei den Entsilberungsarbeiten (S. 62) zugeschlagen; — erster Abstrich mit 50—60% Blei, 6—8% Kupfer und 2—5 Lth. Silber kommt zum ersten Bleistein (S. 62); zweiter Abstrich mit 80% Hartblei, 2—3% Kupfer und $^1/_5$—$^2/_5$ Lth. Silber wird auf Hartblei verfrischt; Herd mit 55% Blei und $^1/_2$ Lth. Silber dient zur Entsilberung des Kupfersteins (S. 62).

S. 308. Vergleichung der Freiberger Schwefelsäurelaugerei mit der frühern Augustinschen Extraction und Saigerung. Nach CARNOT hatte man auf 1 Tonne Schwarzkupfer (1000 Kil.) bei der Saigerung 300 Frs. Kosten, erzeugte ein schlechtes Kupfer und verlor 5—6% Cu, 40—48% Pb und 23% Ag; bei der Augustinschen Extraction hatte man pro Tonne Stein 166 Frs. Kosten, 4% Kupfer- und 12% Silberverlust; bei der Schwefelsäurelaugerei pro Tonne Spurstein 176 Frs. Kosten, 5% Silber-, 4% Kupfer- und 56% Bleiverlust. Während Kosten- und Metallverluste bei letzterer einem Werthe von 261,750 Fr. pro Tonne Spurstein entsprechen, so betragen

diese bei der Augustinschen Extraction 306,294 Fr., so dass man bei ersterer 44,544 Fr. spart (B. u. h. Ztg. 1865).

Nickel.

Nickelprobe. Bei auf nassem Wege gefälltem Kobalt- und Nickeloxyd geschieht das Arseniciren nach HERTER am besten auf die Weise, dass man das Oxydgemenge mit dem 2fachen arsensauren Kali, dem gleichen Gewicht Borax und $^1/_4$ Eisenfeile im Sodapapiercylinder im Kohlentiegel bei kräftiger Reductionsflamme schmilzt, das Korn aus der flüssigen Schlacke aushebt, Eisen durch Borax verschlackt und das Korn zur Entfernung des überschüssigen Arsens in schwacher Reductionsflamme auf Kohle erhitzt. (Berggst. 1865. S. 80.) S. 450.

Nickelgewinnung aus Vitriolen. Silberhaltige Kupfersteine mit geringem Nickelgehalt werden nach dem Freiberger Verfahren (S. 308) geröstet und mit Schwefelsäure behandelt. Aus der Lösung lässt man zuerst Kupfervitriol auskrystallisiren, dann gemischten Vitriol (bei einem grössern Eisengehalt). Zuletzt erfolgt ein nickelreicher dunkler Vitriol, welcher in einem Flammofen bei passender Temperatur calcinirt, dann mit verdünnter Schwefelsäure ausgelaugt wird. S. 484

Der grösste Theil des Eisenoxydes bleibt als basisches Salz zurück und kann als Farbe benutzt werden, aus dem in Lösung gegangenen Kupfer- und Nickelvitriol werden durch Soda die Oxyde im hydratischen Zustand gefällt und weiter verarbeitet.

Nach HERTER (Berggeist 1865. No. 30) enthält der aus den Krätzkupfergranalien im Mansfeldschen (S. 486) erfolgende Kupfervitriol nur 0,083% Nickel. Die Reduction des gemischten Kupfer- und Nickelvitriols zu einer Legirung beider Metalle empfiehlt sich nicht, weil erst der Werth derselben durch eine chemische Analyse ermittelt werden muss, zumal Kupfer leicht durch Schwefelwasserstoffgas oder Zink abgeschieden werden kann. Die Nickelgewinnung im Mansfeldschen laborirt an den dem nassen Verfahren vorhergehenden bedeutenden Metallverlusten. Mindestens $^1/_2$ des im Schwarzkupfer enthaltenen Nickels geht beim Frischen

der Gaarkrätzen in die Schlacken und von der andern Hälfte, welche einen Kreis von Gaar- und Frischprozessen durchläuft, wird fast $^9/_{10}$ verzettelt und nur $^1/_{10}$ in den Kupfergranalien angesammelt. Nach C. M. Böttger (Berggeist 1865. No. 40) sind jedoch die Verluste bei Weitem nicht so gross, als sie Herter angibt, und es kommen häufig Nickellegirungen von den Hüttenwerken in den Handel. Das Würfelnickel selbst ist meist so unrein, dass sein Werth auch erst durch eine Analyse festgestellt werden kann.

Es verbleiben, was wegen des wenig differenten Verhaltens des Kupfers und Nickels unvermeidlich ist, an 26 % Nickel im Gaarkupfer oder Raffinad, 6,5 % in den zur Entnickelung kommenden Granalien und 67,5 % gehen in die Schlacken vom Krätzfrischen. Um aus den Gaarkrätzen das Nickel zu gewinnen, möchte sich folgender Weg empfehlen: aus den gepochten Krätzen wird der ductile metallische schwerere Theil ausgesiebt und ausgewaschen und der Raffination übergeben; das Feine, Pulverisirbare wird mit Schwefelsäure angemengt, in einem Flammofen. calcinirt und mit warmem Wasser ausgelaugt, wobei bei gut geleitetem Prozess alles Eisen zurückbleibt, während Kupfer, Nickel, Kobalt und Zink in Lösung gehen. Der Rückstand wird als ein armes oxydisches Bleierz behandelt, aus der geklärten Lauge das Kupfer durch Schwefelwasserstoffgas, nach Sinding's Methode (II. 601) erzeugt, ausgefällt und das Schwefelkupfer auf Stein verschmolzen, die abgeklärte Lauge zur Trockne gedampft, entwässert und abermals abgeröstet, wo in der niedrigsten Temperatur der Nickelvitriol seine Schwefelsäure verliert, während Zinkvitriol zum grössten Theil und Kobaltvitriol ganz unzersetzt bleibt. Durch Auslaugen werden letztere entfernt, der nur wenig Zink enthaltende nickelhaltige Rückstand zur Entfernung jeder Spur Schwefel mit Soda geglüht, ausgewaschen, getrocknet, gemahlen und zu Würfelnickel verarbeitet. Aus der eingedampften, Kobalt und Zink enthaltenden Lauge gewinnt man durch fractionirte Krystallisation Kobaltvitriol, welcher sich in 24 Thln. Wasser löst, während Zinksalz nur 2,3 Thle. kaltes Wasser erfordert

Die vom grössten Theil des Kobalts gereinigte Lauge wird mit Soda versetzt, der Niederschlag von Zink- und Kobaltoxydulhydrat getrocknet und durch Glühen in grünen Zinnober verwandelt.

Reiner Nickelvitriol mit tief smaragdgrüner Farbe ist trimorph und gewöhnlich viergliedrig, seltener zweigliedrig und mit Zinkvitriol isomorph, oder zwei- und eingliedrig und mit Eisenvitriol isomorph. Kupfervitriol gehört dem ein- und zweigliedrigen Systeme an. Das gemischte Salz von einer zwischen Smaragdgrün und Himmelblau liegenden Farbe zeigt selbst bei geringem Nickelgehalt nur die Form des Nickelvitriols.

---

1. Sachregister

zu Band I—IV.

A.

C.

D.

E.

H.

L.

M.

S.

T.

U.

V.

W.

II. Ortsregister
zu Band I—IV.

A.

B.

P.

T.

U.

V.

W.

Z.

III. Abkürzungen in den Citaten.

Allgem. b. u. h. Ztg.: Allgemeine berg- und hüttenmännische Zeitung. herausgegeben von C. Hartmann. 1859—63.
Ann. d. chem. et phys.: Annales de chymie et physique, par Arago, Chevreul, Dumas, Pelouze, Boussignault et Regnault. Paris.
Ann. d. min.: Annales des mines, redigées par les ingénieurs des mines. 1.—6. série. Paris.
Ann. d. Ch. u. Pharm.: Annalen der Chemie und Pharmacie, herausgegeben von Wöhler, Liebig und Kopp. Heidelberg.
Bergg.: Der Berggeist. Zeitung für Berg-, Hüttenwesen u. Industrie.
Bgwfd.: Der Bergwerksfreund, herausgegeben vom Hüttenmeister Heine. Eisleben.
B. u. h. Jahrb. v. Leoben u. Pribram, siehe: Tunner's Jahrb.
B. u. h. Ztg.: Berg- und hüttenmännische Zeitung, herausgegeben bis 1858 von C. Hartmann; 1859—63 von Bornemann und Kerl; 1864 von Kerl und Wimmer.
Bair. Kst. u. Gew. Bl.: Kunst- und Gewerbeblatt des polytechnischen Vereins für das Königreich Baiern. München.
Berl. Hand., Ind. u. Gew. Bl.: Berliner Gewerbe-, Industrie- und Handelsblatt, herausgegeben von Neukrantz und Metzke. Berlin.
Berz. Jahresber.: Jahresbericht über die Fortschritte der Chemie und Mineralogie, von Berzelius. Tübingen.
v. Carnall, preuss. Zeitschr., siehe Preuss. Zeitschr.
Dingl.: Polytechnisches Journal, herausgegeben von J. G. Dingler und E. M. Dingler. Stuttgart.
Erdm. u. Schweigg. J.: Journal für praktische Chemie, herausgegeben von O. L. Erdmann und Schweigger-Seidel. Leipzig.
Erdm. J. f. ök. u. techn. Ch.: Joural für ökonomische und technische Chemie, herausgegeben von O. L. Erdmann. Leipzig.
Erdm. J. f. pr. Ch.: Journal für praktische Chemie, herausgegeben von O. L. Erdmann und Marchand, später von Erdmann und G. Werther. Leipzig.
Freib. Jahrb.: Jahrbuch für den Berg- und Hüttenmann. Freiberg.
Götting. Nachr.: Nachrichten von der G. A. Universität und der Königlichen Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen.
Gilb. Ann.: Annalen der Physik, herausgegeben von Gilbert. Halle.
Hartm. Repert.: Repertorium der Bergbau- und Hüttenkunde, von C. Hartmann. 2 Bde. Weimar 1839 und 1840.
Hausm. met. Beitr.: Beiträge zur metallurgischen Krystallkunde von Hausmann. Göttingen 1850. — Dessen neue Beiträge. Göttingen 1852.
Hausm. nordt. Beitr.: Nordteutsche Beiträge zur Berg- und Hüttenkunde von Hausmann. Braunschweig.
Hausm. Stud. d. Götting. Ver.: Studien des Göttinger Vereins bergmännischer Freunde, herausgegeben von Hausmann. Göttingen.
Jahrb. f. d. sächs. B. u. Hm., siehe: Freib. Jahrb.
Jahrb. d. k. k. geol. Reichsanst.: Jahrbuch der kaiserlich königlichen geologischen Reichsanstalt. Wien.

Jahrb. d. nass. Ver.: Jahrbücher des Vereins für Naturkunde im Herzogthum Nassau. Herausgegeben von Fridolin Sandberger. Wiesbaden.
Karst. Arch., 1. u. 2. R.: Karsten's Archiv für Mineralogie, Geognosie, Bergbau und Hüttenkunde, 1. u. 2. Reihe.
Kraus Jahrb.: Jahrbuch für den Berg- und Hüttenmann des österreichischen Kaiserstaates, herausgegeben von Kraus. Wien.
Köhler's Journ.: Bergmännisches Journal, herausgegeben von Köhler und Hoffmann. Freiberg 1788—1793.
Koch kryst. Hüttenpr.: Beiträge zur Kenntniss krystallinischer Hüttenproducte von Koch. Göttingen 1822.
Lieb. Jahresber.: Jahresbericht über die Fortschritte der reinen, pharmaceutischen und technischen Chemie, Physik, Mineralogie und Geologie, herausgegeben von Liebig, Kopp u. A. Giessen.
Leoben. Jahrb., siehe Tunner's Leoben. Jahrb.
Leonh. Jahrb.: Neues Jahrb. für Mineralogie, Geognosie, Geologie und Petrefactenkunde. Stuttgart.
Mitth. d. Hann. Gew.-Ver.: Mittheilungen des Gewerbe-Vereins für das Königreich Hannover, herausgegeben von Karmarsch. Hannover.
Neuer Schaupl. d. Bgwkde.: Neuer Schauplatz der Bergwerkskunde. Quedlinburg und Leipzig, 1845—1848.
Oesterr. Zeitschr.: Oesterreichische Zeitschrift für Berg- und Hüttenwesen, herausgegeben von Otto Freiherrn von Hingenau. Wien.
Pharm. Centr.: Chemisch pharmaceutisches Centralblatt, redigirt von Knop. Leipzig.
Pharm. J. Trans.: Pharmaceutical Journal and Transactions, edited by Bell. London.
Pogg. Ann.: Annalen der Physik und Chemie, herausgegeben von Poggendorff. Leipzig.
Polyt. Centr.: Polytechnisches Centralblatt, herausgegeben von Schnedermann und Böttcher. Leipzig.
Preuss. Zeitschr.: Zeitschrift für das Berg-, Hütten- und Salinenwesen im preussischen Staate. Berlin.
Prechtl techn. Encykl.: Prechtl's technologische Encyklopädie. Stuttgart.
Ritting. Erfahr.: Rittinger's Erfahrungen im Berg- und hüttenmännischen Maschinen-, Bau- und Aufbereitungswesen.
Russegg. Reis.: Russegger's Reisen in Europa, Asien und Afrika. 4 Bde. Stuttgart, 1841—1848.
Schweigg.-Seid. J.: Journal für Chemie und Physik, herausgegeben von Schweigger (1811—1820), später von Schweigger und Seidel (1821—1823). Nürnberg.
Stud. d. Götting. Ver., siehe: Hausm. Stud. des Götting. Ver.
Tunner's Jahrb.: Jahrbuch für den innerösterreichischen Berg- und Hüttenmann, herausgegeben von Tunner. Gratz 1841 u. f.
Tunner's Leoben. Jahrb.: Berg- und hüttenmännisches Jahrbuch der k. k. Montanlehranstalt zu Leoben, später Leoben und Pribram, dann Leoben, Schemnitz und Pribram, herausgegeben von Tunner, Grimm und Feller.
Wagner's Jahresber.: Jahresbericht über die Fortschritte und Leistungen der chem. Technologie u. techn. Chemie, von J. R. Wagner.

Leipzig.
Druck von A. Th. Engelhardt.











